

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

BADJI-MOKHTAR-ANNABA UNIVERSITY

UNIVERSITE BADJI-MOKHTAR-ANNABA



جامعة باجي مختار - عنابة

Année 2019

FACULTE DES SCIENCES DE L'INGENIORAT

DEPARTEMENT DE METALLURGIE

THÈSE

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de DOCTORAT

Étude de l'endommagement des matériaux métalliques
(Aluminium-1050A) par fatigue-corrosion

Option :

Métallurgie et Génie des Matériaux

Par

ADJEL SAMIR

DIRECTEUR DE THESE : MERAKEB NOUREDDINE

Professeur

U.B.M. Annaba

DEVANT LE JURY

PRESIDENT : ZAHZOUH MOUSSA

Professeur

U.B.M. Annaba

EXAMINATEURS : KHETTACHE ABDELKADER

Professeur

U.B.M. Annaba

ZIDANI MOSBAH

Professeur

U.M.K. Biskra

Remerciements

Je tiens à exprimer ma grande reconnaissance et mes sincères remerciements pour mon Directeur de thèse, Professeur MERAKEB Noureddine, du Département de Métallurgie de l'Université Badji Mokhtar, d'Annaba, pour sa disponibilité, ses précieux conseils.

Je voudrais remercier également Professeur BACCOUCHE Mostefa, le Directeur du laboratoire de recherche de Métallurgie Physique et Propriétés des Matériaux LM2PM, pour avoir mis à ma disposition tous les moyens d'investigation et m'approvisionne en éprouvette pour les essais de fatigue.

J'adresse également mes remerciements à Pr. Zahzouh Directeur du laboratoire LMGM pour avoir pris en charge la réparation de la machine des essais de fatigue. Aussi, je remercie Pr. Touhami, chef du Département de Métallurgie pour avoir mis à ma disposition la machine et le labo des essais mécaniques, avec toutes les commodités nécessaires pour la réalisation de mes essais.

Mes remerciements vont à Professeur EHLERS Sören, Directeur d'Institut de Conception et d'Analyse Structurelle de Navires à l'Université de Technologie de Hambourg, en Allemagne, d'avoir accepté de m'accueillir au sein de son Institut pour un stage scientifique de courte durée.

Je remercie le personnel de l'unité de recherche appliqué dans la sidérurgie et la métallurgie d'Annaba URASM pour m'avoir permis d'utiliser le microscope MEB. Je remercie tout le personnel technique du département pour m'avoir aidé dans ce projet, en particulier M^{elle} Siham, ingénieur du labo.

Je remercie Professeur ZAHZOUH Moussa, du Département de Métallurgie de l'Université Badji Mokhtar, d'Annaba, Professeur KHETTACHE Abdelkader, du Département de Métallurgie de l'Université Badji Mokhtar, d'Annaba, et Professeur ZIDANI Mosbah, du Département de Génie Mécanique de l'Université Mohamed Khider, de Biskra, pour le temps passé à lire et à juger cette thèse.

Merci à tous ceux que j'ai côtoyés pendant ces années très stimulantes.

Je voudrais adresser un remerciement particulier à mes parents, pour leur soutien permanent qu'ils m'ont apporté pendant toute ma vie.

Enfin j'adresse ces dernières lignes à ma famille et à mes amis pour leurs soutiens et leurs encouragements.

Merci à tous mes amis : Said, Kheireddine, Ali, Abd El Waheb, Mehdi, Adel, Mohammed, Hamza, Hichem, Chemssou, Yassin, Abdelhamid, Abdelatif, Choab, Mehdi, Sabri, Nabil, Zoubir, Salem, Rida, Hassan, Mourad, Sofian, Faysal, Salah, Djamel, Riad.

Abstract

Fatigue and corrosion fatigue damage of materials is often the most important cause of frequent stops of machines and industrial equipment. For this, many researches are investigated in this field. The aim of this work is to study the effect of the corrosion pit density on the fatigue life of aluminum 1050A. Fatigue and corrosion fatigue tests carried out under tension-compression loading with load ratio $R = -1$, at frequency of 78 Hz, and ambient temperature on not corroded and corroded specimens in 3.5% NaCl solution during different immersion times. The results were proved that the pitting density increases as the immersion time increases and does not have a large effect on the fatigue strength of aluminum 1050A after 8-, 24-, 40-, 56-, an 72-h immersion.

Keywords Aluminum 1050A. Fatigue. Corrosion fatigue. Corrosion pit density

Résumé

La fatigue et la fatigue-corrosion des matériaux sont souvent la cause la plus importante des arrêts fréquents des machines et des équipements industriels. Pour cela, de nombreuses recherches ont été menées dans ce domaine sur divers matériaux. Dans notre cas, l'objectif de cette recherche menée dans le cadre de cette thèse est d'étudier le comportement en fatigue et en fatigue-corrosion des matériaux métalliques, en l'occurrence l'aluminium pur 1050A. Dans ce cas-là, les éprouvettes d'aluminium destinées aux essais de fatigue sont pré-corrodées dans une solution NaCl (3.5%) en potentiel libre durant un temps d'immersion. Des essais de fatigue et de fatigue-corrosion ont été effectués en traction-compression avec un rapport de contrainte $R = -1$, à la fréquence de 78 Hz, et à température ambiante. Les résultats ont montré que la densité de piqûres augmente lorsque le temps d'immersion augmente et n'a pas d'effet important sur la résistance à la fatigue de l'aluminium 1050A après 8, 24, 40, 56 et 72 h d'immersion.

Mots-clés Aluminium 1050A. Fatigue. Fatigue-corrosion. Densité de la piqûre de corrosion.

المخلص:

غالباً ما يكون التعب والتعب مع التآكل من أبرز أسباب التوقف المتكرر للآلات والمعدات الصناعية. لهذا، تتم دراسة الكثير من الأبحاث في هذا المجال. الغرض من هذا العمل هو دراسة تأثير كثافة التآكل على مدة حياة الألمونيوم 1050A. أجرينا اختبارات التعب والتعب مع التآكل عن طريق تجارب الشد والضغط تحت تأثير معامل ضغط يساوي 1-، على تردد 78 هرتز ودرجة حرارة معتدلة على عينات غير متآكلة وأخرى متآكلة في % 3.5 محلول كلور الصوديوم خلال أوقات مختلفة 8, 24, 40, 56, 72 ساعة. النتائج اثبتت أن كثافة التآكل تزداد مع زيادة الوقت وليس لها تأثير معتبر على مدة حياة الألمونيوم خلال هذه الأوقات.

الكلمات المفتاحية: الألمونيوم. التعب. التآكل مع التعب. كثافة التآكل

Tableau des matières

Remerciements	II
Résumé	IV
Liste des symboles	XI
Liste des tableaux	XIII
Liste des figures	XIV
Introduction générale	1
Introduction générale.....	2
RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE	4
Chapitre I : Généralités sur Aluminium et ses alliages.....	5
I.1. Désignation des alliages d'aluminium	6
I.2. Propriétés et applications des principaux alliages d'aluminium.....	6
I.2.1. Aluminium de la série 1000	6
I.2.1.1. Propriétés chimiques.....	7
I.2.1.2. Propriétés physiques	7
I.2.1.3. Propriétés mécaniques	7
I.2.1.4. Structure d'aluminium 1050A.....	8
Composition chimique de l'Al 1050A	8
Propriétés mécaniques de l'Al 1050A.....	9
Applications	10
I.2.2. Alliages Al-Cu de la série 2000 Duralumin	10
I.2.3. Alliages Al-Mn de la série 3000	11
I.2.4. Alliages Al-Si de la série 4000 (Alpaxe)	11
I.2.5. Alliages Al-Mg de la série 5000	11

I.2.6. Alliages Al-Mg-Si de la série 6000.....	12
I.2.7. Alliages Al-Zn de la série 7000.....	12
Chapitre II : Généralités de la corrosion.....	13
II.1. Corrosion des alliages d'Aluminium.....	14
II.1.1. Réaction fondamentale de la corrosion.....	14
II.1.2. Les réactions électrochimiques dans la corrosion d'aluminium.....	15
II.1.3. Les facteurs influents sur la corrosion.....	15
II.1.4. Différents types de corrosion.....	16
II.1.4.1. Corrosion uniforme.....	17
II.1.4.2. Corrosion localisé.....	18
II.1.4.3. Corrosion sous contrainte.....	19
II.1.4.4. Corrosion par piqûres.....	20
II.1.5. Corrosion de l'aluminium 1050A.....	22
Chapitre III : Théorie de la fatigue.....	23
III.1. Fatigue des alliages d'aluminium.....	24
III.1.1. Endommagement par fatigue.....	24
III.1.2. Morphologie d'une surface de rupture.....	25
III.1.3. Amorçage.....	25
III.1.3.1. L'amorçage par glissement cyclique.....	26
III.1.3.2. Amorçage à partir des micro-hétérogénéités.....	26
III.1.3.3. Amorçage à partir des particularités géométriques.....	28
III.1.4. Propagation de fissures.....	28
III.1.4.1. Modes de fissuration.....	29
III.1.4.2. Courbes de propagation des fissures.....	30
III.1.4.3. Les lois de la vitesse de fissuration.....	30
III.1.5. Faciès des surfaces de rupture par fatigue.....	32

III.1.6. Différents stades en fatigue	33
III.1.6.1. Chargement	33
III.1.6.2. Diagramme d'endurance	35
Domaine plastique oligocyclique	35
Domaine d'endurance limitée	36
Domaine d'endurance illimitée	36
III.2. Fatigue - corrosion	36
III.2.1. Amorçage des fissures	36
III.2.1.1. Environnement aqueux	36
III.2.1.2. Environnement gazeux.....	37
III.2.2. Propagation des fissures	37
III.2.2.1. Effet de la contrainte moyenne	38
III.2.2.2. Effet de la fréquence	38
III.2.3. Modèles de fatigue - corrosion	38
III.2.3.1. Modèle de dissolution / repassivation.....	39
III.2.3.2. Modèle de fragilisation à l'hydrogène	39
Chapitre IV : Analyse bibliographique (Travaux antérieurs)	41
IV. Analyse des travaux antérieurs	42
ESSAIS EXPERIMENTALS	53
Chapitre V : Préparation des échantillons et techniques expérimentales	54
V.1. Etat du matériau de réception.....	55
V.2. Préparation des éprouvettes.....	55
V.2.1. Prélèvement des éprouvettes pour essais de fatigue	55
V.2.2. Application de la corrosion localisée sur les éprouvettes	57
V.2.3. Essai de traction.....	57
V.2.3.1. Détails de la machine de traction	57

V.2.3.2. Diagramme effort-allongement.....	59
V.2.4. Essai de Fatigue	60
V.2.4.1. La machine de fatigue utilisée	60
V.2.4.2. Description de système	61
Vibrophone	61
-Système oscillant à 3 masses.....	62
-Système oscillant à 2 masses.....	62
-Amplitude de force.....	62
-Fréquence de résonnance	62
-Fréquence d’essais.....	62
-Force moyenne	63
V.2.4.3. Mode opératoire des essais de Fatigue.....	63
V.2.5. Essai de dureté Vickers.....	64
V.3. Caractérisation microstructurale.....	65
V.3.1. Microscopie optique	65
V.3.1.1. Polissage.....	65
V.3.1.2. Nettoyages des échantillons	66
V.3.1.3. Révélation de la structure.....	66
V.3.2. Microscopie électronique à balayage (MEB)	67
V.3.2.1. Principe	67
V.3.2.2. Equipement utilisé.....	68
V.3.3. Technique de mesure de la densité de piqûres au microscope optique	69
V.4. Méthodes de détermination de la limite d’endurance	71
V.4.1. Méthode de l’escalier.....	71
V.4.1.1. Conduite des essais	72
V.4.1.2. Exploitation des résultats	72

V.4.2. Méthode des probits.....	73
V.4.2.1. Conduite des essais	74
V.4.2.2. Exploitation des résultats	74
V.4.3. Méthode d'itération	76
V.4.3.1. Conduite des essais	76
V.4.3.2. Exploitation des résultats	76
V.4.3.3. Estimation de la résistance à la fatigue	77
V.4.4. Méthode de K éprouvettes non rompues	78
V.4.4.1. Conduite des essais	79
Chapitre VI : Résultats expérimentaux et discussions.....	80
VI.1. Analyse structurale d'Aluminium 1050A à l'état de livraison	81
VI.2. Caractérisation mécanique (Dureté et Traction).....	82
VI.2.1. Propriétés de résistance à la traction	82
- Essai de mesure de résistance par traction.....	82
- Eprouvette d'essai de traction.....	82
- Analyse de la courbe de traction enregistrée	83
VI.2.2. Propriétés de dureté	84
VI.3. Analyse des piqûres	84
VI.3.1. Mesure de la densité des piqûres	84
VI.3.2. Mesure de la profondeur de piqûre.....	89
VI.4. Interprétation des résultats des essais de fatigue.....	91
VI.4.1. Résultats des essais de fatigue obtenus sur des éprouvettes saines (non corrodés)	91
VI.4.2. Résultats des essais obtenus sur éprouvettes corrodées	93
Cas des éprouvettes corrodés pendant 8h	94
Cas des éprouvettes corrodés pendant 24h	96
Cas des éprouvettes corrodés pendant 40h	98

Cas des éprouvettes corrodés pendant 56h	100
Cas des éprouvettes corrodés pendant 72h	101
VI.4.3. Comparaison entre la pente K, distribution de contrainte (T_σ), distribution de nombre de cycle (T_N), limite d'endurance (σ_D) pour les essais de fatigue et fatigue-corrosion.....	102
VI.4.4. Effet de la corrosion sur les propriétés de la limite d'endurance en fatigue dans l'air	104
VI.5. Observation des faciès de rupture par fatigue des échantillons non corrodés et corrodés pendant 24, et 72 h.....	106
VI.5.1. Examen des piqûres de corrosion par MEB après rupture par fatigue.....	111
Conclusion générale.....	112
Références bibliographiques.....	116

Liste des symboles

HB : Dureté brinell

HV : Dureté vickers

ECAP : Equal channel angular pressing

RS : Rotary swaging

ARB : Accumulative roll bonding

CG : Coarse grained

FG : Fine grained

UFG : Ultra fine grained

MEB : Microscope électronique à balayage

MO : Microscope optique

N : Nombre de cycle

σ_n : Contrainte nominale dans la section fissurée

k_t : Facteur de concentration de contrainte élastique théorique de Neuber

ϵ_t : Déformation plastique totale

ΔK : Amplitude du facteur d'intensité de contrainte

K_c : Facteur d'intensité de contrainte qui cause la rupture finale

ΔK_{th} : Seuil d'amplitude du facteur d'intensité de contrainte

D : Diamètre extérieur de la fissure

d : Diamètre au fond de la fissure

σ_a : Amplitude de contrainte

σ_m : Contrainte moyenne

σ_{max} : Contrainte maximale

σ_{min} : Contrainte minimale

$\Delta\sigma$: Variation de contrainte

σ_D : Limite d'endurance

R : Rapport de contrainte

R_e : Limite élastique

R_m : Résistance à la traction

E : Module de young

A : Allongement

s : Ecart type

S : Stress

EAFCP : Environmentally assisted fatigue crack propagation

da/dN : Vitesse de fissuration

pH : Potentiel d'hydrogène

HCF : High cycle fatigue

VHCF : Very high cycle fatigue

P_r : Probabilité de rupture

K : Pente

T_N : Distribution du nombre de cycle

Liste des tableaux

Tableau I. 1. Familles d'alliages d'aluminium.	6
Tableau I. 2. Propriétés physiques de l'aluminium.	7
Tableau I. 3. Propriétés mécaniques de l'aluminium pur à température ambiante.....	8
Tableau I. 4. Composition chimique de l'aluminium 1050A.	9
Tableau I. 5. Valeurs de la résistance à la traction d'aluminium 1050A après déformation par ECAP (2, 4 passes dans la voie A et 2, 4 passes dans la voie BC).	10
Tableau I. 6. Propriétés mécaniques d'alliage 2524.	10
Tableau I. 7. Propriétés mécaniques de quelques alliages de la série 7000.....	12
Tableau V. 1. Composition chimique d'Al 1050A (% en poids).....	55
Tableau V. 2. Conditions opératoires des essais de fatigue.	64
Tableau V. 3. Méthode de l'escalier appliquée à un acier 25 CD 4.....	73
Tableau V. 4. Méthode des probits appliquée à un acier XC 60.....	75
Tableau V. 5. Méthode d'itération appliquée à un acier 35 CD 4.	77
Tableau VI. 1. Caractéristiques mécaniques de l'aluminium 1050 A obtenues par expérience.	83
Tableau VI. 2. Densité des piqûres de corrosion.	88
Tableau VI. 3. Nombres de cycles à rupture, probabilités de rupture pour les différentes amplitudes de contraintes utilisées pour l'Aluminium 1050A non corrodé en traction-compression (R = -1).92	
Tableau VI. 4. Nombres de cycles à rupture, probabilités de rupture pour les différentes amplitudes de contraintes utilisées, 8h corrosion dans 3.5% NaCl.....	94
Tableau VI. 5. Nombres de cycles à rupture, probabilités de rupture pour les différentes amplitudes de contraintes utilisés, 24h corrosion dans 3.5% NaCl.	96

Tableau VI. 6. Nombres de cycles à rupture, probabilités de rupture pour les différentes amplitudes de contraintes utilisés, 40h corrosion dans 3.5% NaCl.	98
Tableau VI. 7. Nombres de cycles à rupture, probabilités de rupture pour les différentes amplitudes de contraintes utilisés, 56h corrosion dans 3.5% NaCl.	100
Tableau VI. 8. Nombres de cycles à rupture, probabilités de rupture pour les différentes amplitudes de contraintes utilisés, 72h corrosion dans 3.5% NaCl.	101
Tableau VI. 9. Densité des piqûres et σ_D pour différents temps d'immersion.	105

Liste des figures

Figure I. 1. Microstructure d'aluminium 1050A : (a) dans l'état recristallisé avec la taille de grain conventionnelle (55 μm) et (b) après ECAP avec des grains ultrafins (350 nm).	8
Figure I. 2. Courbe de traction de l'aluminium 1050A.	9
Figure II. 1. Facteurs influents sur la corrosion.	16
Figure II. 2. Différents types de corrosion.	17
Figure II. 3. Corrosion uniforme.	17
Figure II. 4. Micrographes par MEB de l'alliage d'aluminium 2A97-T3 après immersion dans 3.5% NaCl pendant 45 min (a) sites de corrosion localisé continu et discontinu, (b) section transversale, (c) vue de la surface plane avec un grossissement supérieur.	18
Figure II. 5. Le sens de propagation de fissure de l'alliage d'aluminium A7N01P-T4 dans différentes conditions de chargement. (a) fissuration par corrosion sous contrainte ; (b) propagation de fissure par fatigue-corrosion.	19
Figure II. 6. Différentes formes de la corrosion par piqûre.	20
Figure II. 7. Microscopie optique de l'aluminium 1050-F corrodé, immersion dans NaCl à potentiel libre durant 7 jours. a) image de surface et b) coupe d'image.	21
Figure II. 8. Observations par MEB d'un aluminium pure commerciale traité par le procédé ARB et immergé pendant 2 semaines dans 3% NaCl. a) recuit, b) 2 passes, c) 4 passes, d) 6 passes, e) 8 passes.	22

Figure III. 1. Période d'initiation de fissure et de croissance.....	24
Figure III. 2. Représentation schématique d'une surface de rupture par fatigue.....	25
Figure III. 3. Phénomène de formation d'intrusions et extrusions en surface (a) lignes de glissement ; (b) irréversibilité du glissement ; (c) et (d) formation d'intrusions et extrusions.....	26
Figure III. 4. Différents sites d'amorçage : transgranulaire (i) ou intergranulaire (ii) en surface, défaut de surface (iii), inclusion interne (iv), microvide interne aux joints de grain (v) amorçage interne à l'intersection de joints de grain (vi).....	27
Figure III. 5. Amorçage d'une fissure de fatigue sur un pore dans un alliage d'aluminium 27	
Figure III. 6. Direction de propagation des fissures	28
Figure III. 7. Direction de propagation d'une fissure dans un alliage d'aluminium (Al-4,5%Zn-1,25%Mg)	29
Figure III. 8. Modes de fissuration : a) mode I, b) mode II et c) mode III.....	29
Figure III. 9. La courbe de fissuration par fatigue d'une fissure longue	32
Figure III. 10. Surface de fracture et site d'initiation des fissures des échantillons entaillés en alliage d'aluminium 5083 : (a), (b) spécimen étudié à amplitude de contrainte = 91 MPa, $N_f = 4,75 \times 10^5$, (c), (d) spécimen étudié à amplitude de contrainte = 55 MPa, $N_f = 2,10 \times 10^6$,.....	33
Figure III. 11. Cycle de contrainte de fatigue.....	34
Figure III. 12. Types de cycles de contraint	34
Figure III. 13. Courbe de Wöhler	35
Figure III. 14. Micrographes MEB pour fatigue-corrosion ($\sigma = 102$ MPa, $N_f = 201,100$) dans une solution à 5.0 % NaCl : (a) barre de l'échelle 1 mm, et (b) 0,05 m.....	37
Figure III. 15. Modèle de dissolution/ repassivation du film d'oxyde	39
Figure III. 16. Modèle de la fragilisation des métaux par l'hydrogène.....	40
Figure IV. 3. Courbes de relation entre le taux de propagation de la fissure et la dispersion du facteur d'intensité de contrainte (a) épaisseur de 30 mm, (b) épaisseur de 55 mm.....	46
Figure IV. 4. Les images fractographiques pour l'alliage d'aluminium 2524-T3 soumis au chargement à amplitude constant ($R = 0.06$, $S_{max} = 182$ MPa).....	47

Figure IV. 5. Fractographie présente l'initiation des puits de corrosion après (a) 2-jours de corrosion ($\sigma_{\max} = 230$ MPa, $N_f = 25,800$ cycles), et (b) 24-jours de corrosion ($\sigma_{\max} = 230$ MPa, $N_f = 30,800$ cycles) 48

Figure IV. 6. Taux de propagation des fissures de fatigue-corrosion à différentes fréquences et par rapport aux données obtenues dans l'air et l'eau distillée.....49

Figure IV. 7. Courbe de Wöhler d'Aluminium 1050A avec des grains gros et ultrafins...50

Figure IV. 8. Dépendance de l'amplitude de contrainte sur le nombre de cycles à rupture, $2N_f$ pour les échantillons traités par la technique ECAP (2A, 2Bc, 4A et 4Bc, ce travail) et gros grains d'Al (CG Al) et 8Bc.....51

Figure IV. 9. Courbes de Wöhler pour des éprouvettes lisses en Al 1050A testés en flexion rotative ($R = -1$).....52

Figure V. 1. Dimensions de l'éprouvette de traction (épaisseur = 1,5 mm) et éprouvette réelle. 56

Figure V. 2. Usinage des éprouvettes de fatigue.....57

Figure V. 3. Machine de traction de type Z050.....58

Figure V. 4. Diagramme effort-allongement l'essai de traction.....59

Figure V. 5. Machine de fatigue utilisée.....60

Figure V. 6. Eprouvette de fatigue après rupture.....61

Figure V. 7. Diagonale de l'empreinte.....65

Figure V. 8. Duromètre Zwick/Roell ZHU.....65

Figure V. 9. Bain à Ultrason.....66

Figure V. 10. Microscope optique (Nikon Eclipse LV 150).....67

Figure V. 11. Principe de microscope électronique à balayage.....68

Figure V. 12. Microscope électronique à balayage avec EDS.....69

Figure V. 13. Schéma du masque à cinq carrés de 1 cm².....70

Figure V. 14. Schéma de la section initiale de la plage choisie (cercle ou carrée).....70

Figure V. 15. Schéma de la section sur piqûres (cercle ou carrée).....71

Figure V. 16. Différents schémas des plages choisies initialement selon la répartition des piqûres. 71

Figure V. 17. Essais en flexion rotative 12 000 cycles/min pour un acier 25 CD 4 ($R_m = 650$ MPa)	73
Figure V. 18. Essais en flexion rotative 12 000 cycles/min pour un acier XC 60 ($R_m = 650$ MPa)	75
Figure V. 19. Essais en flexion rotative 12 000 cycles/min pour un acier 35 CD 4 ($R_m = 990$ MPa)	77
Figure V. 20. Essais sur joints soudés de tôle en acier E 36.	79
Figure VI. 1. Microstructure de l'aluminium pur type 1050A à l'état de livraison, (réactif de Flick) (Gx200).....	82
Figure VI. 2. Courbe de traction de l'aluminium de l'aluminium 1050A.	83
Figure VI. 3. Puits de corrosion après 8h immersion avec une densité de 290 piqûres / mm ² dans 3.5% NaCl.	85
Figure VI. 4. Puits de corrosion après 24h immersion avec une densité de 300 piqûres / mm ² dans 3.5% NaCl.	85
Figure VI. 5. Puits de corrosion après 40h immersion avec une densité de 583 piqûres / mm ² dans 3.5% NaCl.	86
Figure VI. 6. Puits de corrosion après 56h immersion avec une densité de 622 piqûres / mm ² dans 3.5% NaCl.	86
Figure VI. 7. Puits de corrosion après 72h immersion avec une densité de 1068 piqûres / mm ² dans 3.5% NaCl.....	87
Figure VI. 8. Evolution de la densité des piqûres en fonction du temps d'immersion.....	88
Figure VI. 9. Piqûres de corrosion des échantillons d'aluminium développées après 24h (A) et 72h (B).	89
Figure VI. 10. Variation de profondeur de pénétration de la piqûre dans les échantillons corrodés à 24h (A) et 72h (B).....	90
Figure VI. 11. Courbe S-N de l'Aluminium 1050A non corrodé en traction-compression ($R = -1$).	93
Figure VI. 12. Courbe S-N de l'Aluminium 1050A après 8h immersion dans 3,5% NaCl en traction-compression ($R = -1$).	95
Figure VI. 13. Courbe S-N de l'Aluminium 1050A après 24h immersion dans 3,5% NaCl en traction-compression ($R = -1$).	97

Figure VI. 14. Courbe S-N de l'Aluminium 1050A après 40h immersion dans 3,5% NaCl en traction-compression (R = -1).	99
Figure VI. 15. Courbe S-N de l'Aluminium 1050A après 56h immersion dans 3,5% NaCl en traction-compression (R = -1).	100
Figure VI. 16. Courbe S-N de l'Aluminium 1050A après 72h immersion dans 3,5% NaCl en traction-compression (R = -1).	102
Figure VI. 17. Evolution du K en fonction du temps d'immersion.	103
Figure VI. 18. Evolution de la σ_D en fonction du temps d'immersion.	106
Figure VI. 19. Vue générale par MEB de la surface rompue des échantillons d'aluminium 1050A pour une amplitude de contrainte $\sigma_a = 50\text{MPa}$, (a, b) sans corrosion, (c, d) (e, f) 24h et 72h immersion dans une solution de 3,5% NaCl, successivement.	107
Figure VI. 20. Faciès de rupture par fatigue de l'échantillon sains. (A) Extrême 1 ou début de rupture, (B) Centre ou début de rupture ; (C) extrême2 ou fin de rupture. (B1) Détail de la zone d'amorçage.	109
Figure VI. 21. Faciès de rupture par fatigue de l'échantillon corrodé durant 72h. (A) extrême 1 ou début de rupture, (B) Centre ou début de rupture ; (C) extrême2 ou fin de rupture. (B2) Détails de la zone d'amorçage.	110
Figure VI. 22. Piqûres de corrosion par immersion en solution 3,5%NaCl durant 24h (A) et 72h (B).	111

Introduction générale

Introduction générale

La fatigue est un paramètre important pour caractériser le comportement des matériaux métalliques fonctionnant sous des charges variables qui modifie les propriétés locales d'un matériau après un certain temps. Ce phénomène est notamment caractérisé par une variation de contrainte inférieure à la limite élastique du matériau. Les étapes principales de la rupture par fatigue sont l'amorçage, la propagation de fissures et la rupture finale. Le comportement à la fatigue d'un matériau est affecté par des facteurs métallurgiques et environnementaux. La fatigue est la principale cause pour 80-90% de ruptures techniques [1].

L'aluminium est le métal le plus répandu dans la terre, dont il constitue environ 7,3 %. Cependant il ne s'y trouve pas à l'état métallique, mais sous forme de combinaisons, le plus souvent avec l'oxygène et le silicium. Le total de ces combinaisons est environ 15 % de la terre. L'aluminium et ses alliages sont largement utilisés dans de nombreuses industries telles que l'automobile, l'aérospatiale, pharmaceutiques et le transport maritime [2]. L'aluminium est un métal brillant, blanc-argent, caractérisé par sa bonne résistance chimique et mécanique, ses hautes conductibilités électrique et thermique, sa légèreté et haute formabilité [3]. L'Al a une densité de ($2,7 \text{ g/cm}^3$) environ trois fois plus faible que celle du fer, du cuivre et du laiton. L'aluminium présente une résistance à la corrosion dans environnemental telles que l'air, l'eau et la mer, et aussi dans différents produits chimiques [4-6].

Les nuances de la série 1000 se caractérisent par leur pourcentage en aluminium proche de 100%. Parmi les nuances utilisées, on trouve le 1050A qui a un teneur de 99,5% en aluminium. L'aluminium 1050 est particulièrement utilisé pour l'industrie chimique où la résistance élevée à la corrosion est nécessaire. C'est utilisé pour transporter des produits chimiques et des produits agro-alimentaires. L'Al 1050A est également utilisé pour fabriquer par emboutissage et les processus de filage, dans les échangeurs de chaleur, et dans les assemblages soudés. En raison de sa haute conductivité thermique et électrique, le 1050 est couramment utilisé pour les applications électriques [7].

La corrosion est une interaction physico-chimique entre un métal et son environnement entraînant des modifications dans les propriétés du métal et souvent une dégradation fonctionnelle du métal lui-même, de son environnement. L'endommagement des matériaux par corrosion est affecté par de nombreux facteurs tels que le matériau, les conditions de chargement et l'environnement. La corrosion par piqûre due à une rupture de la couche passive en milieu réducteur et en présence d'ions chlorure. Elle se caractérise par une

attaque très localisée. La corrosion par piqûre est un phénomène très répandu qui concerne une grande variété de matériaux comme l'aluminium et ses alliages [8]. Dans le processus de fatigue-corrosion, les piqûres de corrosion se développent et éventuellement conduisent à l'initiation de la fissure de fatigue et rupture. Ce phénomène apparaît sous l'action combinée de l'environnement et d'une sollicitation cyclique. Elle se caractérise par un abaissement de la résistance du matériau à la fatigue [9]. L'étude de comportement à la corrosion de l'alliage AA2050 sous deux états métallurgiques (T34 et T84) pendant 24 et 72 h d'immersion continue dans une solution 0,7 NaCl a prouvé que pour chaque état métallurgique (T34 et T84), la durée de vie en fatigue des échantillons pré-corrodés à 72 h dans 0,7% NaCl a diminué environ de 80% par rapport à échantillons non corrodés [10].

Il y'a un manque de connaissances dans la littérature pour l'effet de corrosion sur la résistance à la fatigue de l'aluminium 1050A immergé dans 3,5% NaCl. Ce phénomène peut être d'intérêt pour les contenants destinés à l'industrie alimentaire, tubes déformables contenants des produits pharmaceutiques, équipement de l'industrie chimique (pharmaceutique, médical ...), les navires et l'aéronautique. Cependant, il n'a pas été montré que la densité et la profondeur de la piqûre de corrosion a une influence sur la limite d'endurance en fatigue de l'aluminium 1050A. C'est pourquoi, dans ce projet de thèse, nous avons proposé d'étudier le comportement de l'aluminium 1050A en fatigue et en fatigue-corrosion. De ce fait, nous avons mis l'accent sur la quantification des piqûres en nombre et en profondeur et en effet sur la tendance pour étudier l'effet de la densité de piqûre de corrosion sur la durée de vie en fatigue de l'aluminium 1050A. La pré-corrosion est effectuée à différents temps d'immersion dans une solution de 3,5% NaCl. Ainsi, la thèse regroupe de six chapitres avec une introduction générale, une conclusion générale et les références bibliographiques. Le premier chapitre est consacré aux généralités sur les alliages d'aluminium et l'aluminium 1050A, le deuxième chapitre est porte sur la théorie de la corrosion des alliages d'aluminium et l'aluminium 1050A, le troisième chapitre concerne la théorie de la fatigue et ses applications des alliages d'aluminium et l'aluminium 1050A, le quatrième chapitre repose à une analyse bibliographique des travaux de recherche antérieurs sur les applications de la fatigue sur des alliages d'aluminium et l'aluminium 1050A, dans le cinquième chapitre, nous avons décrit le matériau étudié et les techniques expérimentales utilisées, et dans le sixième chapitre nous avons présenté et discuté les résultats expérimentaux obtenus. Nous terminons par une conclusion générale présentant les principaux résultats obtenus et discutés.

RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE

**Chapitre I : Généralités sur Aluminium et ses
alliages**

L'aluminium est l'un des éléments métalliques les plus répandus dans la terre, approximativement 8%. Il est toujours présent dans une forme combinée, habituellement à oxyde hydraté, dont la bauxite est le minerai primaire. Il est très actif thermodynamiquement et cherche à retourner à l'état oxydé normal par le processus d'oxydation [11]. L'aluminium et ses alliages ont été largement utilisés dans les domaines du transport, du bâtiment, de l'électrotechnique, appareils du ménage, conteneurs, aéronautique et aérospatial. C'est parce qu'ils sont caractérisés par faible densité, faible coût, excellente conductivité thermique, bonne résistance à la corrosion, bonne apparence, et haute ductilité [12-14].

I.1. Désignation des alliages d'aluminium

La désignation conforme aux caractérisations internationales d'aluminium et à la norme AFNOR NF EN 573, à quatre chiffres dont le premier désigne les principaux éléments ajoutés et le second permet d'identifier les variantes successives d'un alliage (tableau I.1).

Dans la famille 1000, les deux derniers chiffres désignent le pourcentage en aluminium au-delà de 99,00%. Dans les autres familles, ils sont choisis de manière aléatoire [15].

Tableau I. 1. Familles d'alliages d'aluminium.

Principaux éléments ajoutés	Famille
Aluminium pur à 99 % minimum	1000
Aluminium + Cuivre	2000
Aluminium + Manganèse	3000
Aluminium + Silicium	4000
Aluminium + Magnésium	5000
Aluminium + Magnésium + Silicium	6000
Aluminium + Zinc + Magnésium	7000

I.2. Propriétés et applications des principaux alliages d'aluminium

I.2.1. Aluminium de la série 1000

Les alliages de la série 1000 sont constitué d'aluminium pur à 99%. Cette série présente une excellente résistance à la corrosion, ainsi qu'une haute conductivité thermique et électrique. Il est largement utilisé dans les industries de la construction (automobile, aérospatiale). Néanmoins, sa performance mécanique par rapport aux autres matériaux, est faible [16]. L'aluminium 1100 ou 1200 sont usés dans les domaines suivants : l'industrie alimentaire, le chaudronnage [15].

I.2.1.1. Propriétés chimiques

Généralement, l'aluminium pur c'est un réducteur fort qui se trouve sous la forme d'ions Al^{3+} en solution. Pour former l'alumine Al_2O_3 , l'oxydation d'aluminium est rapide à chaud et lente à froid. La réaction exothermique de l'aluminium avec une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium résulte de l'aluminate de sodium et du dihydrogène gazeux.

La précipitation d'une solution contenant des cations Al^{3+} à l'aide d'une base produit d'hydroxydes d'aluminium [17].

I.2.1.2. Propriétés physiques

L'aluminium pur est connu pour son aspect argent ou gris mat, variable selon son état d'oxydation. Une mince couche oxydée d'environ 5 à 10 nanomètres se forme à la surface lorsque ce métal est exposé à l'air libre et qui empêche la progression de la corrosion dans un environnement agressif [18]. Le tableau I.2 présente les propriétés physiques de l'aluminium [19].

Tableau I. 2. Propriétés physiques de l'aluminium.

Propriétés	Pureté, %				
	99.999	99.990	99.800	99.500	99.000
Point de fusion, °C	-	660	-	-	657
Point d'ébullition, °C	-	2480	-	-	-
Chaleur latente de fusion [cal/g]	-	94.6	-	-	93.0
Chaleur spécifique à 100°C [cal/g]	-	0.222	-	0.229	-
Densité à 20°C [g/cm ³]	2.7	2.7	2.71	2.71	-
Résistivité électrique à 20°C [$\mu\Omega$]	2.63	2.68	2.74	2.8	2.87
Coefficient de résistivité à la température	-	0.004	0.004	0.004	-
Coefficient de dilatation thermique (20-100°C)	-	23.86	23.5	23.5	23.5
Conductivité thermique à 100°C	-	0.57	0.56	0.55	0.54
Réflexivité (total), %	-	90	89	86	-

I.2.1.3. Propriétés mécaniques

L'aluminium pur est un métal ductile et très malléable, ses propriétés mécaniques sont médiocres mais peuvent être modifiées avec l'addition d'autre métaux, notamment le cuivre, le magnésium, le manganèse, le silicium, le lithium et le zinc, formant ainsi des alliages. L'écrouissage permet aussi l'amélioration de ces caractéristiques. Le tableau I.3 présente les propriétés mécaniques de l'aluminium pur à température ambiante [20].

Tableau I. 3. Propriétés mécaniques de l'aluminium pur à température ambiante.

Module d'élasticité (MPa)	Charge de rupture (MPa)	Limite d'élasticité 0,2 % (MPa)	Allongement (%)	Dureté (HB)	Dureté (HV)
68000	80 à 100	30 à 40	25 à 30	20	20

I.2.1.4. Structure d'aluminium 1050A

L'aluminium commercial pur 1050 s'adapte bien aux différents modes de durcissement par déformation plastique à froid sévère telle que les techniques (equal channel angular pressing ECAP), (rotary swaging RS), et (accumulative roll-bonding ARB) [21-24], cela exerçant un effet bénéfique par la combinaison modérée de la résistance, légèreté et prix réduit. Ces processus peuvent réduire la taille des grains à l'échelle du micromètre ou même du nanomètre.

Les différentes microstructures d'aluminium 1050 A pour gros grains (CG) et ultrafins grains (UFG) sont montrés dans la figure I.1 [25].

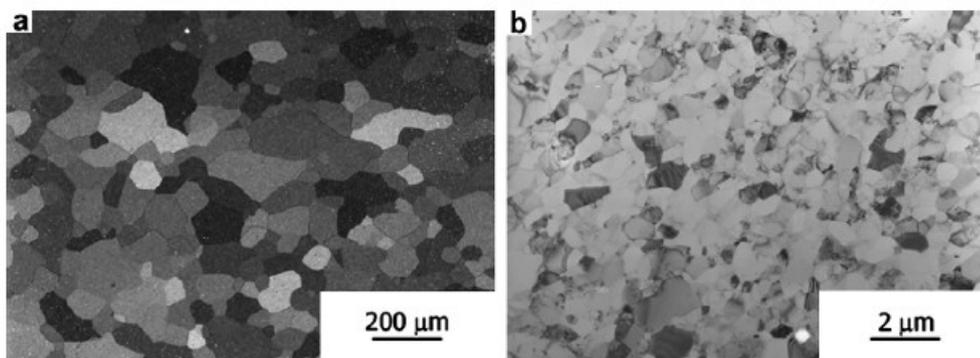


Figure I. 1. Microstructure d'aluminium 1050A : (a) dans l'état recristallisé avec la taille de grain conventionnelle (55 µm) et (b) après ECAP avec des grains ultrafins (350 nm) [25].

Composition chimique de l'Al 1050A

Le tableau I.4 présente la composition chimique de l'aluminium 1050A [26]. Les principaux éléments d'alliage présent dans ce matériau sont le fer et le silicium qui ont une faible solubilité dans l'aluminium.

Tableau I. 4. Composition chimique de l'aluminium 1050A.

Al	Si	Fe	Cr	Pb	Zn	Sn	Ni	Zr	Ti	Bi
Balance	0.124	0.252	0.001	0.002	0.014	0.005	0.004	0.001	0.003	0.001

Ces éléments peuvent former des particules de types : Al_6Fe , Al_3Fe et $Al_{12}Fe_3Si_2$. Ces particules montrent une activité cathodique par rapport à la matrice d'aluminium [27]. Par conséquent, ce sont des sites catalytiques pour les réactions cathodiques et nucléation des piqûres [28].

Propriétés mécaniques de l'Al 1050A

Les propriétés mécaniques d'un matériau dépendant directement de la microstructure, sont étroitement liées au comportement en fatigue.

La courbe de traction de l'aluminium 1050A non-déformé est représenté sur la figure I.2.

La figure montre que le matériau a un comportement ductile avec plus de 30% d'allongement. Selon la littérature, la limite élastique de ce matériau est 26,6 MPa et sa résistance à la traction est 46,1 MPa [26]. Cette figure présente l'allure de la courbe de traction.

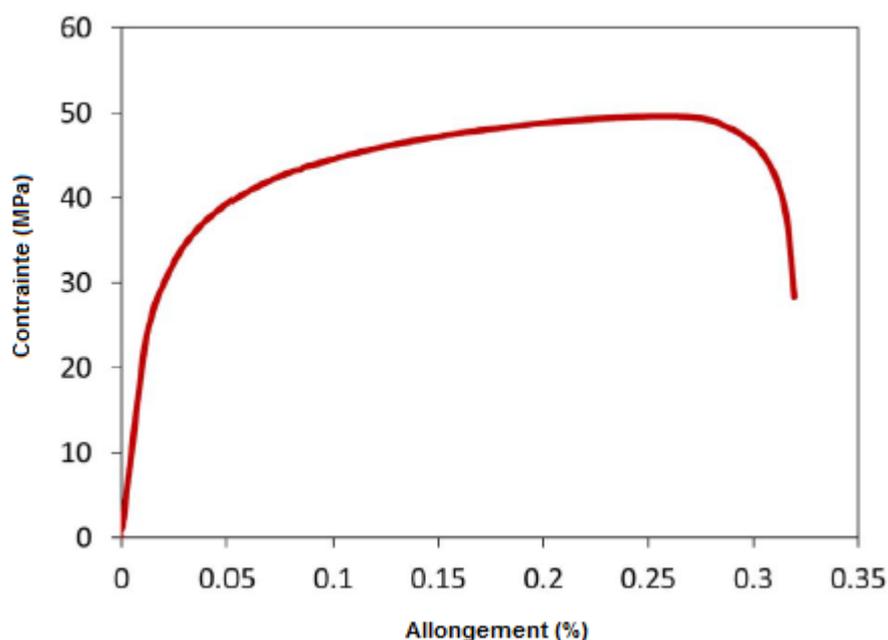


Figure I. 2. Courbe de traction de l'aluminium 1050A [26].

Le tableau I.5 présente les valeurs de la résistance à la traction d'aluminium 1050A extrudé une déformation plastique par la technique equal channel angular pressing ECAP après 2, 4 passes en voie A (angle de 13°) et 2, 4 passes en voie B_C (angle de 15°).

Il est indiqué que la résistance à la traction a augmenté de 137 MPa à 158 MPa après 4 passes dans la voie A et de 142 MPa jusqu'à 162 MPa après 4 passes dans la voie B_C [29].

Tableau I. 5. Valeurs de la résistance à la traction d'aluminium 1050A après déformation par ECAP (2, 4 passes dans la voie A et 2, 4 passes dans la voie BC).

Echantillons déformés par ECAP	Résistance à la traction (MPa)
2 passes A	137
2 passes B _C	142
4 passes A	158
4 passes B _C	162

Applications

L'aluminium 1050A est souvent utilisé dans des applications d'ingénierie automobiles, échangeurs de chaleur, pour les industries agro-alimentaires et chimiques, pharmaceutiques où la résistance à la corrosion est nécessaire [30].

I.2.2. Alliages Al-Cu de la série 2000 Duralumin

Les alliages d'aluminium Al-Cu-Mg (série 2000) sont des alliages pour traitement thermique : mise en solution solide, trempe puis vieillissement, les principaux éléments de ces alliages sont le cuivre et le magnésium [31]. Ils sont largement utilisés dans l'industrie aéronautique parmi lesquelles l'alliage 2524 développé par Alcoa dans les années 1990 et utilisé dans les ailes de Boeing 777 et Airbus A380 [32, 33, 34]. Le tableau I.6 présente les propriétés mécaniques de l'alliage 2524.

Tableau I. 6. Propriétés mécaniques d'alliage 2524.

Série d'alliage	Limite élastique R _{p0.2} (MPa)	Résistance à la traction R _m (MPa)	Allongement A (%)
2547	442	500	19

Les nuances 2017A, 2014 et 2024 sont très usées dans les domaines suivants : l'aéronautique, l'armement, la mécanique [15]. L'alliage d'aluminium 2024-T3 est largement utilisé dans les industries en raison de sa haute résistance spécifique [35]. Mais dans les environnements contenant des ions de chlore, les alliages d'aluminium peuvent subir des dommages de corrosion par piqûres [36].

I.2.3. Alliages Al-Mn de la série 3000

Le manganèse est le principal élément d'alliage de cette série, souvent en petite quantité. Cependant, seul un pourcentage limité de manganèse peut être ajouté efficacement à l'aluminium, soit de 1.0 % à 1.5 %. Par exemple l'alliage 3003 a une excellente aptitude à la mise en forme, au soudage, au brasage, et une résistance élevée aux agents atmosphériques. Il est utilisé dans équipements chimiques, échangeurs cryogéniques et thermiques, et de climatisation [37, 38].

I.2.4. Alliages Al-Si de la série 4000 (Alpaxe)

La série 4000 représente un alliage de fonderie avec une bonne coulabilité (moulage). Par contre, lorsqu'ils sont utilisés pour souder des alliages traitables thermiquement, ils réagissent à certains traitements thermiques.

Les alliages de cette série sont combinés avec du silicium, qui peut être ajouté en quantité suffisante abaisser le point de fusion de l'aluminium, sans affecter sa fragilité. L'alliage 4043 est l'un des alliages de remplissage les plus utilisés pour le soudage d'alliages de la série 6000 pour les applications structurelles et automobiles [37].

I.2.5. Alliages Al-Mg de la série 5000

Le magnésium est le principal élément d'alliage de la série 5000, son pourcentage doit être supérieure à 7% pour être efficace. Ces alliages ont un ensemble performant des propriétés : Une bonne résistance mécanique, une soudabilité efficace et une forte résistance à la corrosion dans les milieux marins.

Ces alliages sont utilisés dans la construction navale, et l'industrie chimique [15], grâce à une bonne conductivité thermique, un rapport résistance/poids élevé et des propriétés mécaniques satisfaisantes.

I.2.6. Alliages Al-Mg-Si de la série 6000

Les alliages de la série 6000 sont des alliages traitables thermiquement. Les principaux éléments dans ces alliages sont le magnésium et le silicium qui se combine pour former le composé Mg_2Si [31].

Les caractéristiques générales de ces alliages sont : très bonne aptitude à la déformation à chaud, au soudage et aux traitements de surface.

Par exemple les alliages 6106, 6005A, 6061 et 6082 sont utilisés pour les applications dans le secteur automobile, naval et aéronautique [15, 39].

I.2.7. Alliages Al-Zn de la série 7000

Les alliages de la série 7000 sont des alliages traités thermiquement Aluminium-zinc, où le magnésium, le cuivre et le chrome sont ajoutés en petites quantités [31].

Avec le zinc comme élément principal d'alliage, le Zn (4-6% de poids) et Mg (1-3% de poids) présente une augmentation de la résistance mécanique et une réduction de la résistance à la corrosion.

Ils sont utilisés dans des applications très spécifiques requérant une grande résistance mécanique comme l'aéronautique, marins et automobiles [40].

Cependant, ils ont une faible résistance à la corrosion [41].

Le tableau I.7 présente les propriétés mécaniques de quelques alliages de la série 7000 [42, 43, 44].

Tableau I. 7. Propriétés mécaniques de quelques alliages de la série 7000.

Série d'alliage	Rp _{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	A %
7449-T79	591	622	10,5
7150-T79	572	617	11,4
7075-T6	571	622	14,5

Chapitre II : Généralités de la corrosion

II.1. Corrosion des alliages d'Aluminium

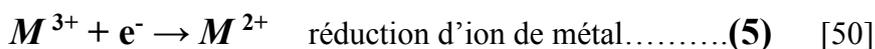
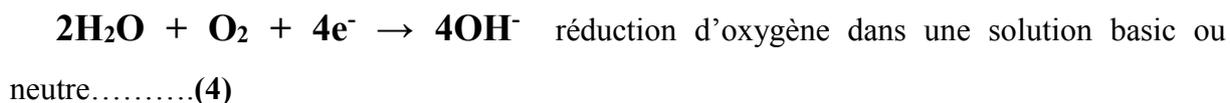
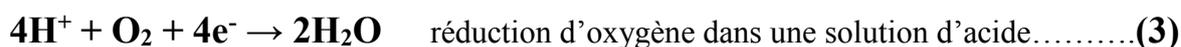
La corrosion est la détérioration d'un matériau ou la dégradation de ses propriétés fonctionnelles, par une réaction chimique à l'environnement, le rendant peu convenable pour l'utilisation. Donc, la corrosion détruit un quart de la production annuelle du monde. Autrement dit, la corrosion est une réaction interfaciale irréversible d'un matériau avec son environnement, ayant pour résultat la dégradation de matériau à cause d'une dissolution de constituant de l'environnement dans ce dernier, ce qui fragilise et diminue les propriétés mécaniques du matériau [45-47].

II.1.1. Réaction fondamentale de la corrosion

La corrosion avec ions est l'oxydation avec l'O₂ avec du métal pour former des espèces ioniques avec une état d'oxydation plus élevée et la libération des électrons [48, 49], comme décrit dans l'équation (1) pour un métal (M).



Cette équation correspond à la réaction d'oxydation et les électrons libérés doit être récupérés par une réaction de réduction se produisant sur la même surface. La réduction de métal est présentée selon les réactions fondamentales suivantes :



Les sites pour les réactions d'oxydation sont les anodes et les sites des réactions de réduction sont les cathodes [51]. Les anodes et les cathodes peuvent être séparées à des emplacements fixes à la surface de l'électrode. Alternativement, les emplacements des réactions anodiques et cathodiques peuvent influencer de manière aléatoire sur la surface de l'échantillon. Le cas de la réaction anodique résulte dans une forme de corrosion localisée, telle que la corrosion par piqûre, la corrosion en crevasse, la corrosion intergranulaire, ou la corrosion galvanique, et le cas de la réaction cathodique entraîne une corrosion uniforme. Dans tout cas, les sites anodiques et cathodiques doivent être connectés électriquement pour

faciliter le transfert des électrons [52-54]. La solution dans lequel se produit la réaction de corrosion, est très important dans la cellule électrochimique [55-57]. Pour que la réaction de corrosion se produise, les électrolytes doivent avoir une conductivité électrique suffisante pour permettre le transport des ions et minimiser la résistance.

Les propriétés de la solution électrolytique, en particulier la conductivité électrique et la mobilité des ions, peuvent influence la vitesse de la réaction de corrosion [58].

II.1.2. Les réactions électrochimiques dans la corrosion d'aluminium

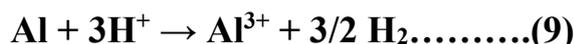
L'oxydation de l'aluminium dans l'eau s'effectue selon la réaction (6) :



Cette réaction est équilibrée par une réduction simultanée en ions dans la solution, qui capturent les électrons libérés de la réaction d'oxydation. Dans des milieux aqueux avec un pH neutre tel que l'eau douce, l'eau de mer, et l'humidité il peut montrer seulement deux réactions de réduction des protons H^{+} produits à partir de la dissociation des molécules d'eau selon les réactions (7) et (8) :



Globalement, la corrosion de l'aluminium dans des milieux aqueux est la somme de deux réactions électrochimiques, oxydation et réduction (9) et (10) [59, 60] :



Ou



Cette réaction est accompagnée d'un changement de l'état d'oxydation d'aluminium, est transformé en état d'oxydation de l'alumine (+3), et par un échange des électrons, puisque l'aluminium perd trois électrons. La corrosion d'aluminium a eu conséquence la formation d'hydroxyde d'aluminium $\text{Al}(\text{OH})_3$ [61, 62].

II.1.3. Les facteurs influents sur la corrosion

Le comportement de corrosion des matériaux est influencé par plusieurs facteurs ; les principaux facteurs sont résumés dans la figure II.1.

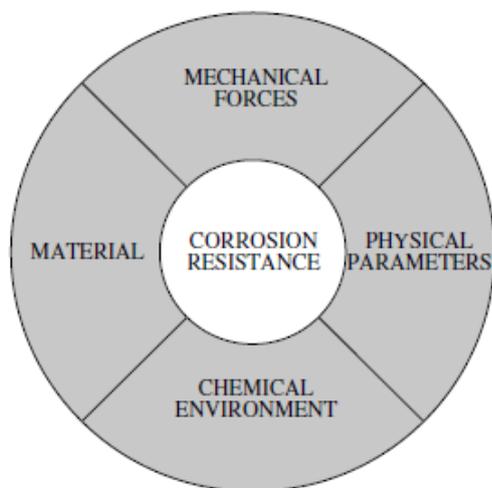


Figure II. 1. Facteurs influents sur la corrosion [63, 46].

Le comportement à la corrosion se manifeste sous de nombreuses formes, selon les interactions complexes impliquées. Pour cela, la résistance à la corrosion d'un métal donné n'est pas une propriété intrinsèque de ce métal, mais une propriété de système environnemental. Le même métal peut rapidement se corroder dans un certain environnement. La résistance à la corrosion des métaux est essentiellement déterminée par la réactivité de l'interface métal-environnement. Par conséquent, la caractérisation chimique et structurale des surfaces et des interfaces et l'étude de leur comportement électrochimique dans un environnement donné sont des aspects importants de la science de corrosion [63, 46].

II.1.4. Différents types de corrosion

La corrosion peut survenir en de nombreuses formes différentes et peut être classée selon la cause de la détérioration chimique d'un métal, dont il existe plusieurs types. La figure II.2 résume les principaux types de corrosion rencontrés.

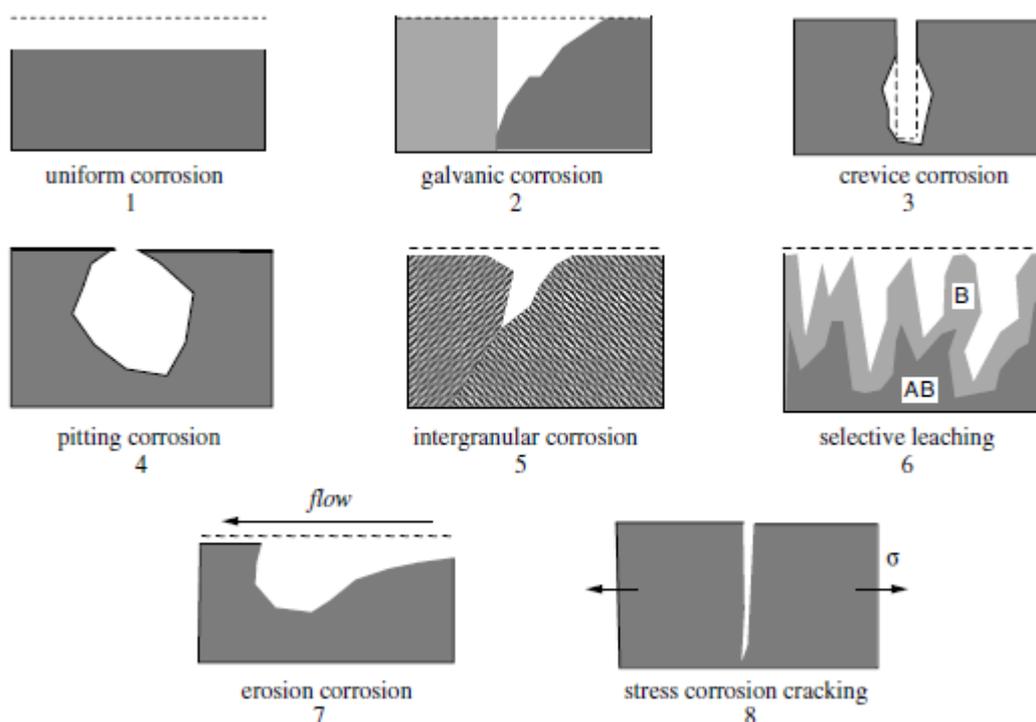


Figure II. 2. Différents types de corrosion [63].

Parmi les différents types de corrosion cités dans la figure II.2, on a les quatre types les plus réputés à cause de leur forte dégradation de surfaces des matériaux [63].

II.1.4.1. Corrosion uniforme

C'est une dégradation de surface d'un matériau d'une manière uniforme, exposée à un environnement corrosif.

Ce type corrosion apparaît lors de contact des métaux avec des acides forts [45, 46, et 64]. Dont, l'attaque est répartie sur la surface, et par conséquent elle conduit à une réduction uniforme de l'épaisseur (figure II.3).

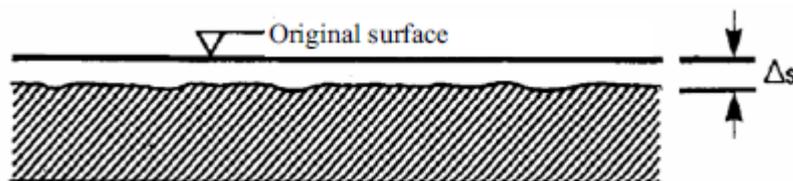


Figure II. 3. Corrosion uniforme [65].

La corrosion uniforme est la forme la plus commune de corrosion et particulièrement responsable de la majeure partie d'altération des matériaux, mais on peut réduire leur taux et le rendre à un niveau acceptable par des différentes méthodes de protection efficaces et disponibles [65].

II.1.4.2. Corrosion localisé

Pratiquement, la corrosion localisée peut être due aux hétérogénéités dans le matériau ou dans l'environnement auquel un matériau est exposé. Généralement, ce type de corrosion est plus difficile à contrôler par rapport à la corrosion uniforme [63].

L'alliage 2A97-T3 est testé dans une solution aqueuse d'une concentration de 3.5% NaCl. La figure II.4 présente les micrographies de surface de l'alliage après les tests de corrosion. La corrosion localisée sous les deux formes continue et discontinue a été confirmée par le MEB [66].

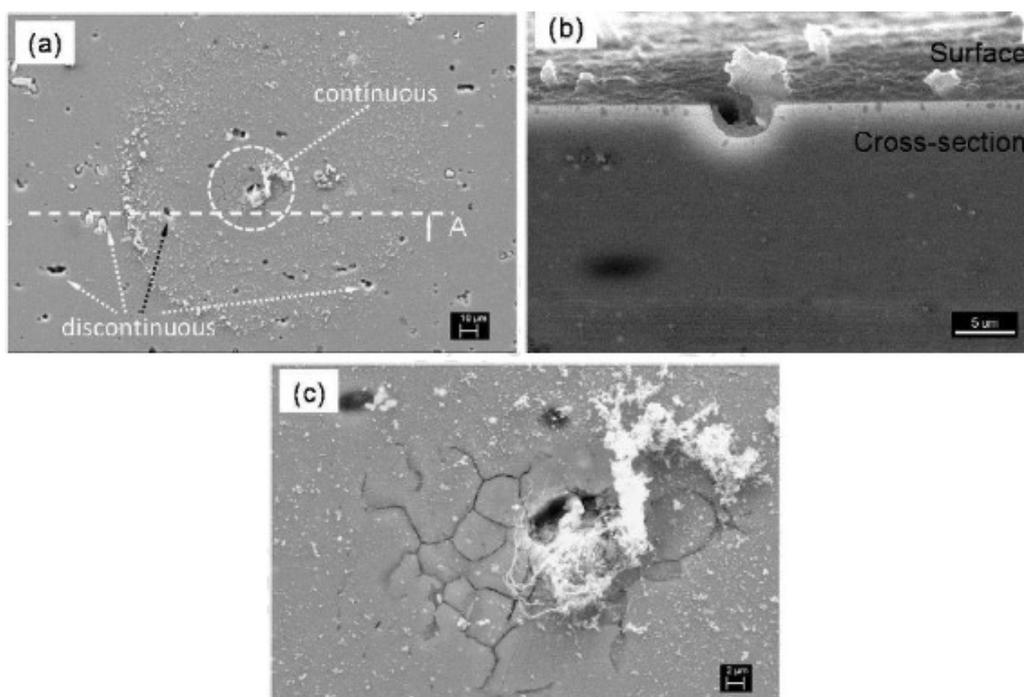


Figure II. 4. Micrographes par MEB de l'alliage d'aluminium 2A97-T3 après immersion dans 3.5% NaCl pendant 45 min (a) sites de corrosion localisé continu et discontinu, (b) section transversale, (c) vue de la surface plane avec un grossissement supérieur [66].

D'après la figure II.4a, on constate que la corrosion localisée discontinue est plus dense par rapport à la corrosion localisée continue. La zone qui entoure la corrosion localisée continue est couverte par le produit de corrosion. Les sites de corrosion localisée discontinue sont associés à des particules corrodées et des piqûres de corrosion. La figure II.4b présente la section transversale d'un puit de corrosion (ligne A). Il est situé près du site de la corrosion localisée continue. Une cavité en forme hémisphérique présente une large ouverture à l'environnement extérieur. La figure II.4c montre qu'il n'y a pas une pénétration dans les régions en profond d'alliage [66].

II.1.4.3. Corrosion sous contrainte

La corrosion sous contrainte c'est l'action combinée de la corrosion et d'une contrainte mécanique. De ce fait, il y a plusieurs facteurs influents sur ce type de corrosion (facteur environnemental, électrochimique, métallurgique et contrainte mécanique) [46, 67, 64]. La figure II.5 présente l'effet de la corrosion sous contrainte sur l'alliage d'aluminium A7N01P-T4.

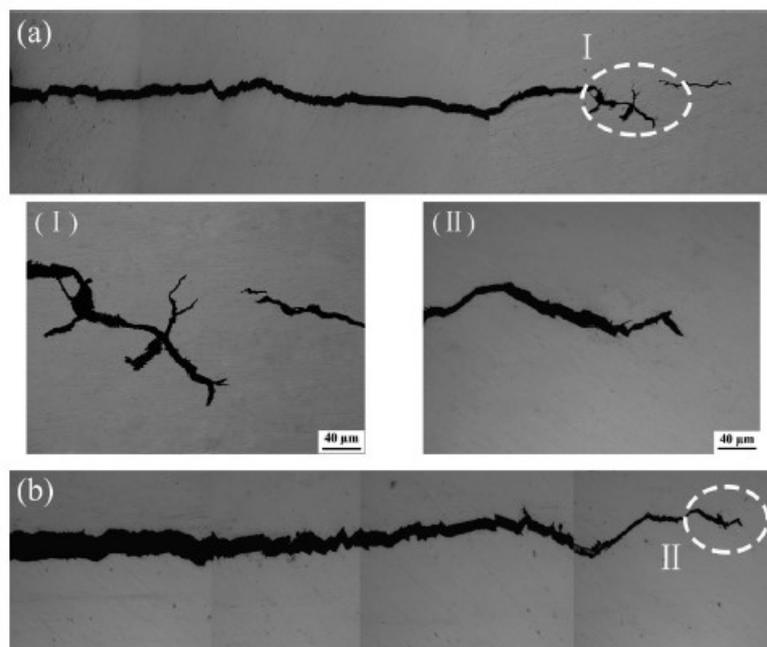


Figure II. 5. Le sens de propagation de fissure de l'alliage d'aluminium A7N01P-T4 dans différentes conditions de chargement. (a) fissuration par corrosion sous contrainte ; (b) propagation de fissure par fatigue-corrosion [68].

II.1.4.4. Corrosion par piqûres

La corrosion par piqûres existe sur les métaux passifs en présence de certains ions de chlore.

Ce processus produit des cavités avec des diamètres sur l'ordre de plusieurs dizaines de micromètres [63]. Autrement dit, la corrosion par piqûre se produit sur des métaux et alliages plus ou moins passivés dans les environnements contenant le chlorure, bromure, ou ions de perchlorate quand le potentiel de l'électrode dépasse une valeur critique. Cette forme de corrosion est caractérisée par les puits étroits avec un rayon de même ordre de grandeur, ou moins que, la profondeur.

Les puits peuvent être de forme différente, mais la chose commune est la frontière pointue (figure II.6). L'aluminium est exposé à la corrosion par piqûre dans les milieux contenant le chlorure. Pour les matériaux qui sont passifs, par exemple l'aluminium et les aciers inoxydables, la piqûre de corrosion est lancée par l'adsorption des ions qui pénètrent le film passif à certaines positions. Ceci se produit aux points faibles du film d'oxyde, par exemple aux irrégularités dans la structure d'oxyde due aux frontières de grain ou inclusions dans le métal. Après nucléation de piqûre il y a une croissance successive des piqûres qui impliquant le développement des puits de quelques nanomètres au micromètre, ont été étudiés avec les microscopes (STM) et (MEB) [65, 45, 64].

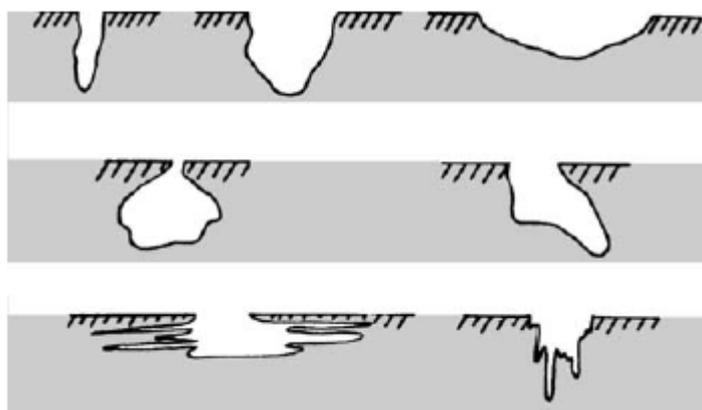


Figure II. 6. Différentes formes de la corrosion par piqûre [65, 45, et 64].

L'évolution des puits de corrosion par piqûre de l'aluminium 1050-F en fonction du temps d'immersion pendant 7 jours dans une solution de NaCl à potentiel libre est présenté dans la figure II.7a-b.

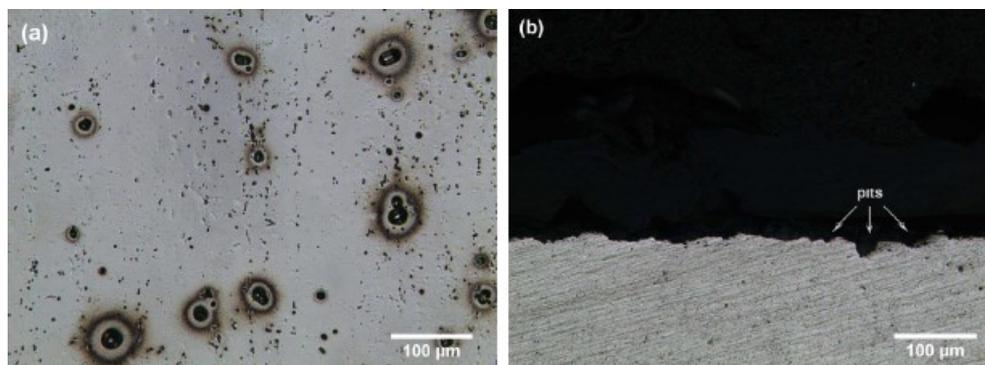


Figure II. 7. Microscopie optique de l'aluminium 1050-F corrodé, immersion dans NaCl à potentiel libre durant 7 jours. a) image de surface et b) coupe d'image [69].

La figure II.7 indique que les puits qui apparaissent possèdent une forme hémisphérique et plus grande que les cavités. Les effets optiques provoqués par des produits de corrosion ont créés une région noire entoure les puits. On' a également observé la position des puits.

Il est intéressant que la densité soit approximativement constante (690 ± 139 puits.mm⁻²) pendant cet période d'immersion, qui suggère que la surface du métal possède un nombre fixe de sites actifs (défauts) pour la nucléation de puit.

Pour un temps d'immersion long, les produits de corrosion ont empêché la détermination des paramètres quantitatifs [69].

Les observations par MEB des échantillons de l'aluminium pure commerciale après immersion de 2 semaines dans la solution de 3% NaCl ont été illustrées dans la figure II.8.

La figure II.8a montre que le recuit n'a pas un effet sur la corrosion de l'échantillon.

Les figure II.8b-e présentent les échantillons traités par le processus de déformation plastique sévère (Accumulative Roll Bonding ARB) qui est une méthode d'extrusion à l'aide de tôles métalliques, qui sont soumises à un taux de réduction sévère, la corrosion par piqûre se développe sous forme des puits fortement irréguliers. Il est remarquable que la sévérité de corrosion par piqûre a augmenté avec l'augmentation du nombre de passes par la technique ARB [70].

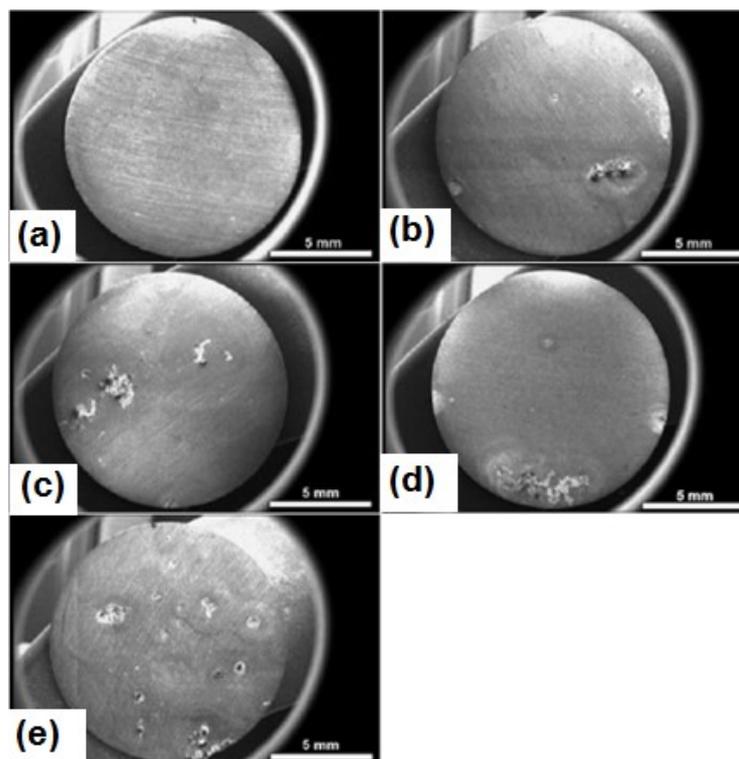


Figure II. 8. Observations par MEB d'un aluminium pure commerciale traité par le procédé ARB et immergé pendant 2 semaines dans 3% NaCl. a) recuit, b) 2 passes, c) 4 passes, d) 6 passes, e) 8 passes [70].

II.1.5. Corrosion de l'aluminium 1050A

Les alliages d'aluminium de la série 1xxx, qui représente le métal commercial pur, offre la plus haute résistance à la corrosion par rapport aux autres alliages d'aluminium. Cependant, parmi la série 1xxx, AA1050 peut subir une corrosion par piqûre localisée en raison de la présence de certains éléments d'alliage. Les principaux éléments d'alliage présent dans l'aluminium AA1050 sont le fer et le silicium. Ils ont une faible solubilité dans l'aluminium et forment des particules intermétalliques telles que Al_6Fe , Al_3Fe et $Al_{12}Fe_3Si_2$. Ces particules intermétalliques ont une activité cathodique par rapport à la matrice d'aluminium [71]. Par conséquent, ils jouent le rôle de sites catalytiques pour les réactions cathodiques et la nucléation des piqûres [72].

Chapitre III : Théorie de la fatigue

III.1. Fatigue des alliages d'aluminium

L'endommagement par fatigue se réfère au comportement des matériaux dus à l'application de contraintes cycliques [73]. Si le nombre de cycles de contrainte et l'amplitude sont suffisants, il y'aura une fissuration suivie d'une rupture par fatigue sans allongement.

Le but des essais de fatigue est de déterminer le comportement du matériau, sous des sollicitations de contraintes périodiques, analogues à celles qui se produisent dans la pratique.

Les objectifs des essais de fatigue visent à vérifier la conformité d'un produit par rapport à une norme ; valider ou optimiser un nouveau produit ou rechercher des solutions constructives pour un composant en service [74].

III.1.1. Endommagement par fatigue

La durée de vie en fatigue jusqu'à la rupture regroupe deux périodes : la période d'initiation des fissures et la période de croissance des fissures. La différenciation entre les deux périodes est importante car plusieurs conditions de surface affectent la période d'initiation, tel que la rugosité, mais ont une influence négligeable sur la période de croissance des fissures qui est lent, en raison des effets des microstructures, par exemple les joints des grains. Cependant, après l'apparition d'une croissance de microfissure loin du site de nucléation, on observe une croissance plus régulière. Diverses étapes pour les deux périodes sont indiquées à la figure III.1. Le nombre de cycle pour la durée de vie à la rupture en fatigue, N_t est la somme de nombre des cycles d'initiation, N_i et de propagation, N_p , c'est-à-dire :

$$N_t = N_i + N_p \dots \dots \dots (1)$$

Les environnements corrosifs peuvent affecter l'initiation et la croissance des fissures, mais d'une manière différente pour les deux périodes [75].

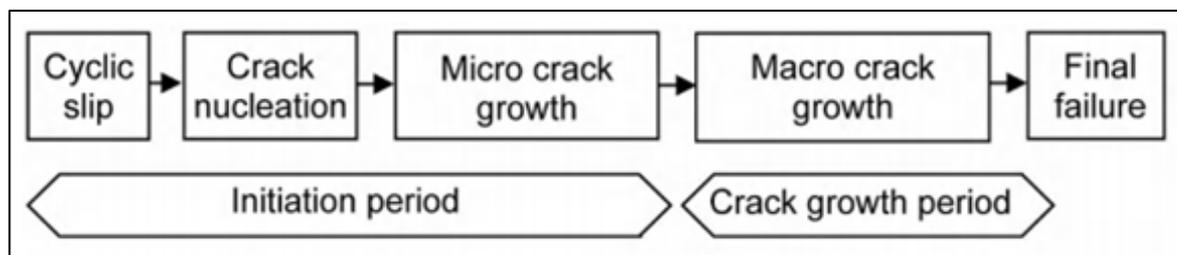


Figure III. 1. Période d'initiation de fissure et de croissance [75].

III.1.2. Morphologie d'une surface de rupture

L'étude macroscopique de la surface de rupture d'une pièce rompue par fatigue montre différentes zones plus ou moins clairement selon le mode de sollicitation, la géométrie de la pièce et le degré d'oxydation. La figure III.2 présente la surface de rupture qui contient différentes zones A et B « le site d'amorçage, la zone de propagation stable et la surface de rupture finale » d'une pièce cylindrique sous sollicitation de traction. Dans la zone A qui a un aspect lisse et plus ou moins fissuré, il apparaît un site d'amorçage qui est identifié par les lignes R qui commencent à partir le même point P. La zone A correspond aussi à la phase de propagation stable, cette dernière est caractérisée par des lignes concentriques et des lignes d'arrêt de la fissure dont permettent de connaître l'historique de la propagation. La zone B présente la rupture finale où la surface de la rupture finale est granuleuse selon les matériaux. Sachant que, la transition entre la zone A et la zone B est caractérisée par l'apparition de lèvres de cisaillement [76].

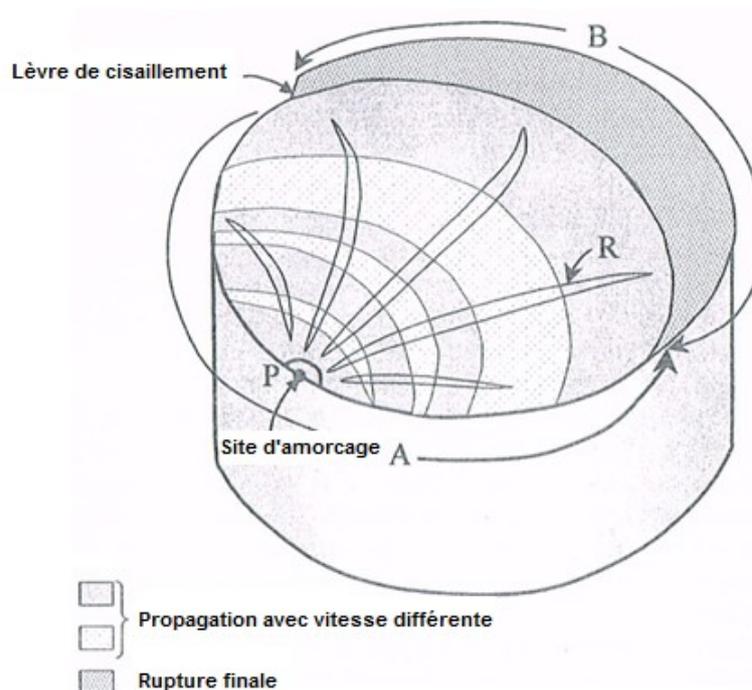


Figure III. 2. Représentation schématique d'une surface de rupture par fatigue [76].

III.1.3. Amorçage

Il y a trois manières différentes d'amorçage dans les matériaux métalliques cristallins ; la première par glissement cyclique irréversible des dislocations ; la deuxième à partir des

micro-hétérogénéités présentes dans la microstructure ; et la dernière à partir des particularités géométriques de la pièce.

III.1.3.1. L'amorçage par glissement cyclique

La figure III.3 explique les changements de l'état de surface à l'échelle microscopique. Au cours d'application d'une contrainte sur un matériau polycristallin, on voit l'apparition des lignes de glissement à la surface libre du matériau (figure III.3a).

La surface reviendrait à son état initial quand le sens de sollicitation est inversé, si les mouvements de dislocations étaient réversibles. Mais quelques dislocations changent de plan à l'inversion de la direction de sollicitation pendant leurs mouvements va-et-vient donc elles ne sont pas totalement réversibles. Ceci conduit à la formation de relief à la surface (figure III.3b). La figure III.3c présente la formation d'intrusions et d'extrusions à cause de la répétition de ce phénomène. Après l'apparition des intrusions il y'aura des endroits de contraintes concentrées qui provoquent la création des microfissures (figure III.3d) [76].

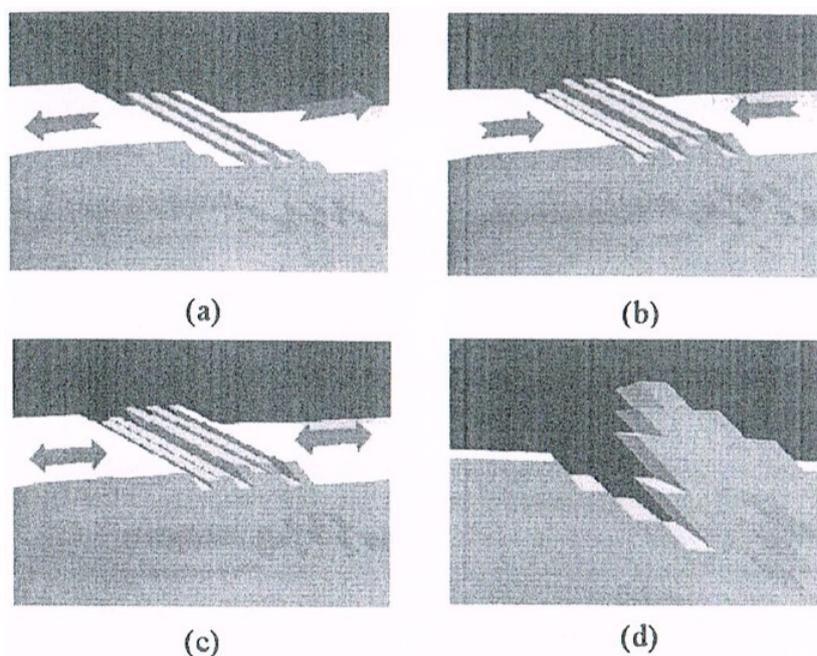


Figure III. 3. Phénomène de formation d'intrusions et extrusions en surface (a) lignes de glissement ; (b) irréversibilité du glissement ; (c) et (d) formation d'intrusions et extrusions [76].

III.1.3.2. Amorçage à partir des micro-hétérogénéités

Les conditions de sollicitations et la microstructure permettent l'intervention d'autres processus d'amorçage dans les alliages industriels. Généralement, ces alliages qui contiennent

une composition complexe avec un nombre important d'éléments d'addition sont micro-hétérogènes à cause d'existence des particules intermétalliques, les joints des grains et les porosités. L'accumulation des dislocations sur les défauts provoque l'amorçage d'une microfissure.

La figure III.4 présente les différents sites d'amorçage : intergranulaire, transgranulaire, porosité, inclusion, microvides et intersections aux joints de grain [76], et la figure III.5 présente un exemple d'amorçage sur un pore.

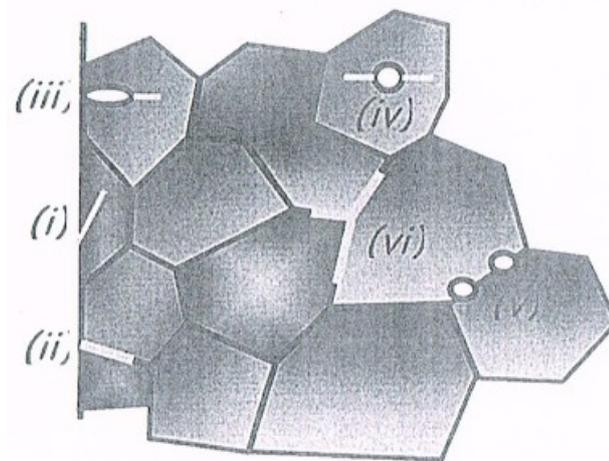


Figure III. 4. Différents sites d'amorçage : transgranulaire (i) ou intergranulaire (ii) en surface, défaut de surface (iii), inclusion interne (iv), microvide interne aux joints de grain (v) amorçage interne à l'intersection de joints de grain (vi) [76].

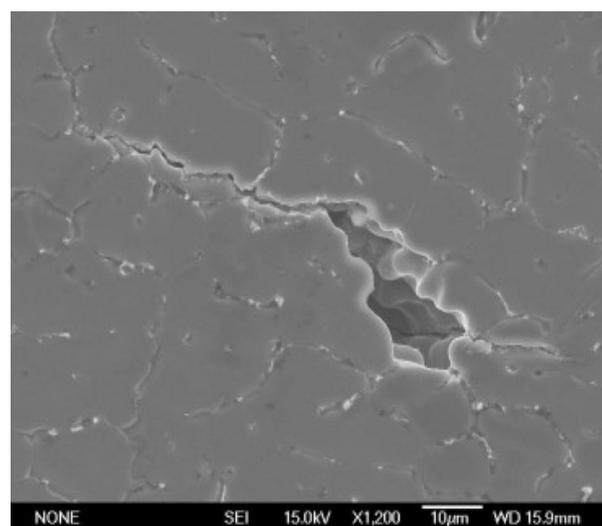


Figure III. 5. Amorçage d'une fissure de fatigue sur un pore dans un alliage d'aluminium [77].

III.1.3.3. Amorçage à partir des particularités géométriques

Dans l'industrie, les pièces en service présentent plusieurs variations géométriques (coins, trous...) qui sont des sites d'amorçage des fissures de fatigue parce qu'elles génèrent une concentration de contrainte.

Le rapport entre la contrainte maximale en fond d'entaille $\sigma_{entaille}$ et la contrainte nominale σ_{nom} dans la section est le facteur de concentration de contrainte K_t .

$$K_t = \frac{\sigma_{entaille}}{\sigma_{nom}} \dots\dots\dots(2)$$

III.1.4. Propagation de fissures

L'étape de propagation des fissures apparaît après l'amorçage sous sollicitation cycliques. Dans cette étape les joints de grains peuvent jouer deux rôles, le premier comme un obstacle qui arrête la propagation et le deuxième comme des chemins de fissuration à température élevée ou en milieu corrosif. En chargement uniaxial, les microfissures ont un angle de 45° par rapport au sens d'application de contrainte (stade 1). Par contre, le dégagement de la fissure principale fait un angle de 90° à l'axe de sollicitation (stade 2) (figure III.6). La figure III.7 présente un exemple de la direction de propagation d'une fissure dans un alliage d'aluminium (Al-4,5%Zn-1,25%Mg) [76].

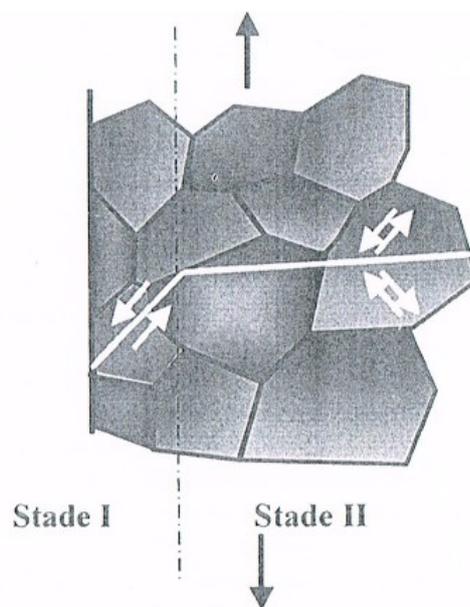


Figure III. 6. Direction de propagation des fissures [76].

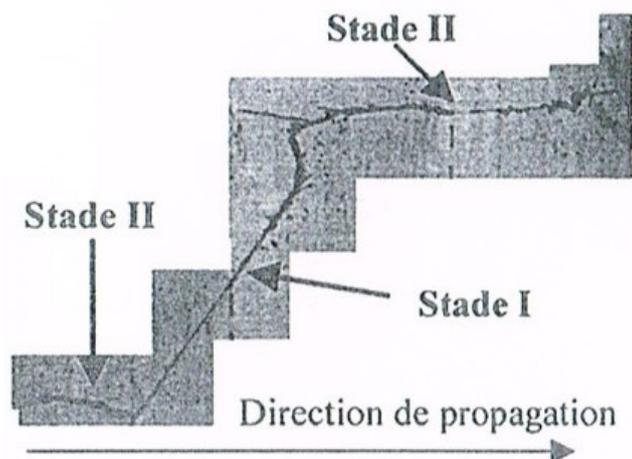


Figure III. 7. Direction de propagation d'une fissure dans un alliage d'aluminium (Al-4,5%Zn-1,25%Mg) [76].

III.1.4.1. Modes de fissuration

Selon le déplacement des lèvres de la fissure on peut définir trois modes de fissuration correspondent à chacun. Le mode I est caractérisé par le facteur d'intensité des contraintes K_I et concerne l'ouverture perpendiculaire des lèvres de la fissure par rapport au plan de la fissure. Le mode II (KII) induit un cisaillement plan des lèvres de la fissure, et le mode III (KIII) provoque un cisaillement anti-plan. La figure III.8 présente les trois modes.

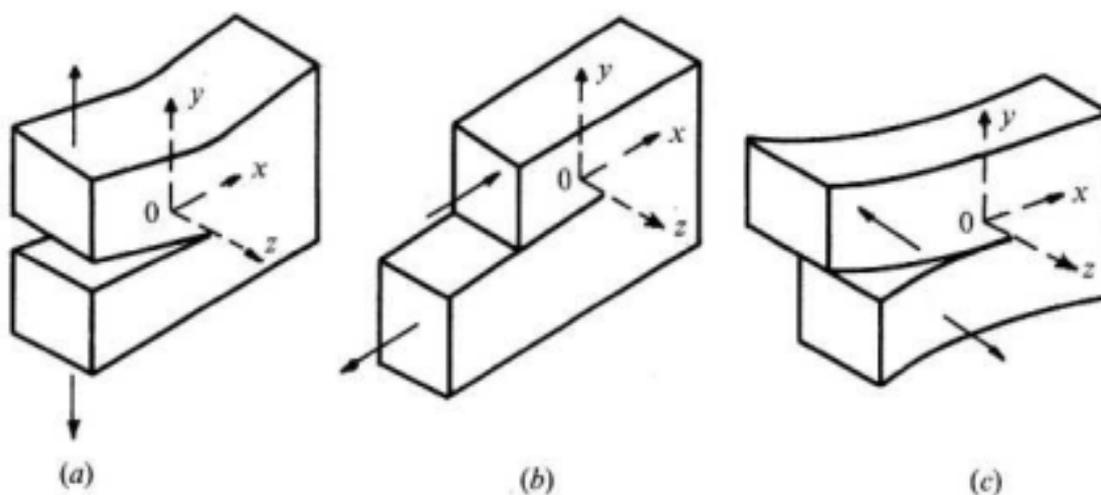


Figure III. 8. Modes de fissuration : a) mode I, b) mode II et c) mode III.

III.1.4.2. Courbes de propagation des fissures

L'interprétation de la courbe d'endommagement se base sur l'existence d'une taille critique des fissures, qui dépend de la contrainte maximale, et leur propagation serait irréversible et conduirait à la rupture. Si les fissures débouchent en surface, on peut les observer à partir d'une longueur de 0,01 et 0,1 mm. On peut reporter les longueurs mesurées en fonction du nombre de cycle sous les divers niveaux de contrainte de la courbe d'endurance et tracer les courbes de propagation des fissures. Ces courbes indiquent que l'importance relative d'amorçage et propagation, dépend de l'amplitude de la contrainte maximale. Par exemple, pour les contraintes élevées, l'amorçage correspond à 10 % et la propagation à 90 % de la durée de vie. Par contre, pour les contraintes voisines de la zone d'endurance, l'amorçage correspond à 80 ou 90 % et la propagation à 20 ou 10 % [78].

III.1.4.3. Les lois de la vitesse de fissuration

Nombreux chercheurs ont proposé différentes formules pour la vitesse de propagation à partir de la mesure des longueurs de fissures observées sur des éprouvettes en cours de fatigue. Si N est le nombre de cycles, σ la contrainte maximale des cycles, et a la longueur de la fissure, on peut citer :

1) La formule de Frost et Dugdale (2) :

$$da / dN = A \sigma_a^3 \dots \dots \dots (3)$$

Où A est une constante qui dépend du matériau et de la contrainte moyenne.

Cette formule est valable pour les fissures petites par rapport aux dimensions de l'éprouvette.

2) La formule de McEvily et Illg (3) :

$$da / dN = f(k_t, \sigma_n) \dots \dots \dots (4)$$

Où σ_n est la contrainte nominale dans la section fissurée,

et k_t le facteur de concentration de contrainte élastique théorique de Neuber.

3) Dans le domaine de la fatigue plastique oligocyclique, Boettner, Laird et McEvily ont proposé la formule (4) :

$$da / dN = A (\epsilon_t \sqrt{a})^n \dots \dots \dots (5)$$

Où **A** est une constante,

ϵ_t , la déformation plastique totale par cycle;

n a été trouvé voisin de 2, quel que soit le matériau.

4) La mécanique de la rupture permet d'étudier quantitativement les stades de propagation lente et brutale des fissures de fatigue. Expérimentalement, Paris et al (1960) [79, 80] ont proposé d'utiliser le Facteur d'Intensité de Contraintes d'Irwin [81] pour caractériser l'avancée de fissure par cycle. Ils ont établi une relation entre l'amplitude du facteur d'intensité de contraintes ΔK et la vitesse de propagation da/dN pour tracer la courbe de fissuration (Figure III.9).

$$da / dN = C (\Delta K)^m \dots\dots\dots(6)$$

Où **C** et **m** sont des constantes qui dépendent du matériau ;

ΔK l'amplitude du facteur d'intensité de contrainte. La vitesse de fissuration dans le domaine de la fatigue plastique oligocyclique est accéléré où **K** se rapproche de **K_c** (le facteur d'intensité de contrainte qui cause la rupture finale) et ΔK_{th} (le seuil d'amplitude du facteur d'intensité de contrainte). Par contre, il apparaît un seuil au-dessous duquel la fissure ne se propage pas, pour les faibles valeurs de ΔK [78].

$$\Delta K = K_{max} - K_{min} = (1 - R) K_{max} \dots\dots\dots(7)$$

si $K_{min} < 0$ alors $\Delta K = K_{max}$

Ou

$$\Delta K = \beta \sqrt{\pi a} (K_{max} - K_{min})$$

$$\beta = \left(\frac{D}{d} + \frac{1}{2} + \frac{3d}{8D} - 0.36 \frac{d^2}{D^2} + 0.73 \frac{d^3}{D^3} \right) * \frac{1}{2} * \sqrt{\frac{d}{D}} \dots\dots\dots(8)$$

Où **D** est le diamètre extérieur de la fissure et **d** est le diamètre au fond de la fissure.

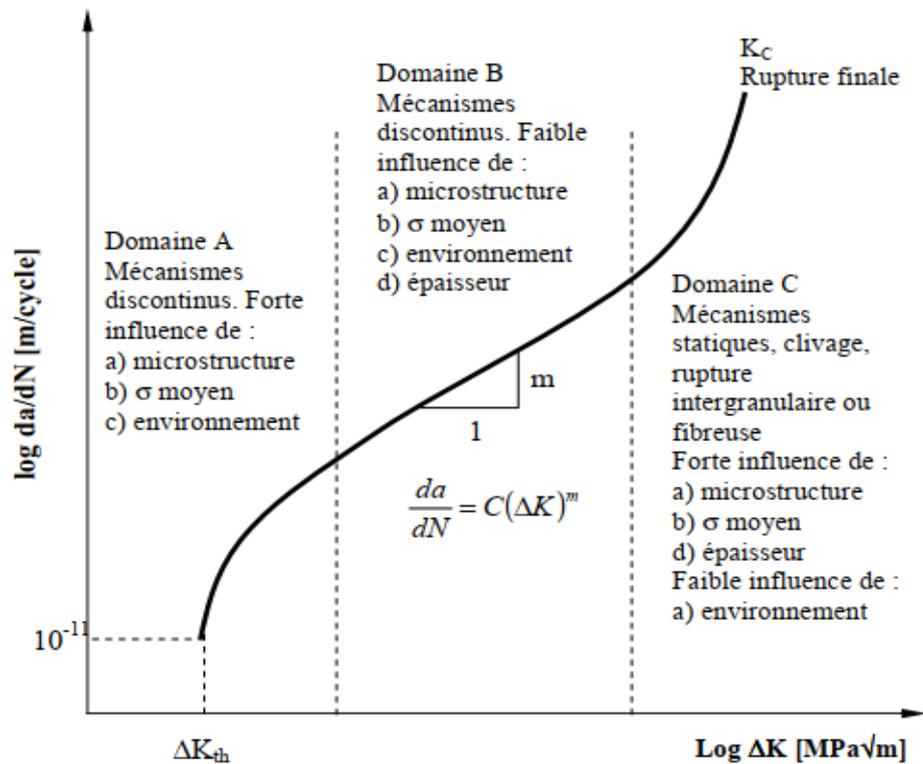


Figure III. 9. La courbe de fissuration par fatigue d'une fissure longue [79, 80].

III.1.5. Faciès des surfaces de rupture par fatigue

Dans une rupture par fatigue, il y'a deux zones d'importance variable selon l'amplitude des contraintes. La première est la zone de rupture par fatigue avec une surface d'aspect lisse et la deuxième est celle de rupture finale et brutale. Sur la première, on observe des lignes d'arrêt dont la courbure permet de remonter au foyer de la rupture, ou le point d'amorçage. Ces lignes démontrent le caractère progressif de la fissuration. A très fort grossissement, on observe un faciès caractéristique formé de stries parallèles, mais cette fois sur les pièces rompues en service [82]. L'hypothèse qu'une strie correspondait à un petit nombre de cycles dans le cas d'un alliage léger soumis à des cycles d'amplitude variable est montré. Lorsque l'amplitude de la contrainte maximale est grande, les stries sont écartées. On distingue deux types de striations ductiles et fragiles. Les premières sont observées dans les matériaux doux. Les secondes, plus difficiles à observer, ont été vues dans des matériaux plus durs ou en présence d'une atmosphère corrosive [83]. L'effet de fréquence et la technique d'essai sur le comportement en fatigue d'alliage d'aluminium 5083 est étudié. Ils ont observé que l'initiation

de la fissure pour l'alliage d'aluminium est toujours apparue à la surface. Aux faibles contraintes il n'y a qu'un seul site d'initiation des fissures, et à forte contrainte il y'a plusieurs.

La figure III.10 présente la surface de fracture et site d'initiation des fissures des échantillons entaillés en alliage d'aluminium 5083 : (a), (b) spécimen étudié à amplitude de contrainte = 91 MPa, $N_f = 4,75 \times 10^5$, (c), (d) spécimen étudié à amplitude de contrainte = 55 MPa, $N_f = 2,10 \times 10^6$, $f = 20$ kHz [84].

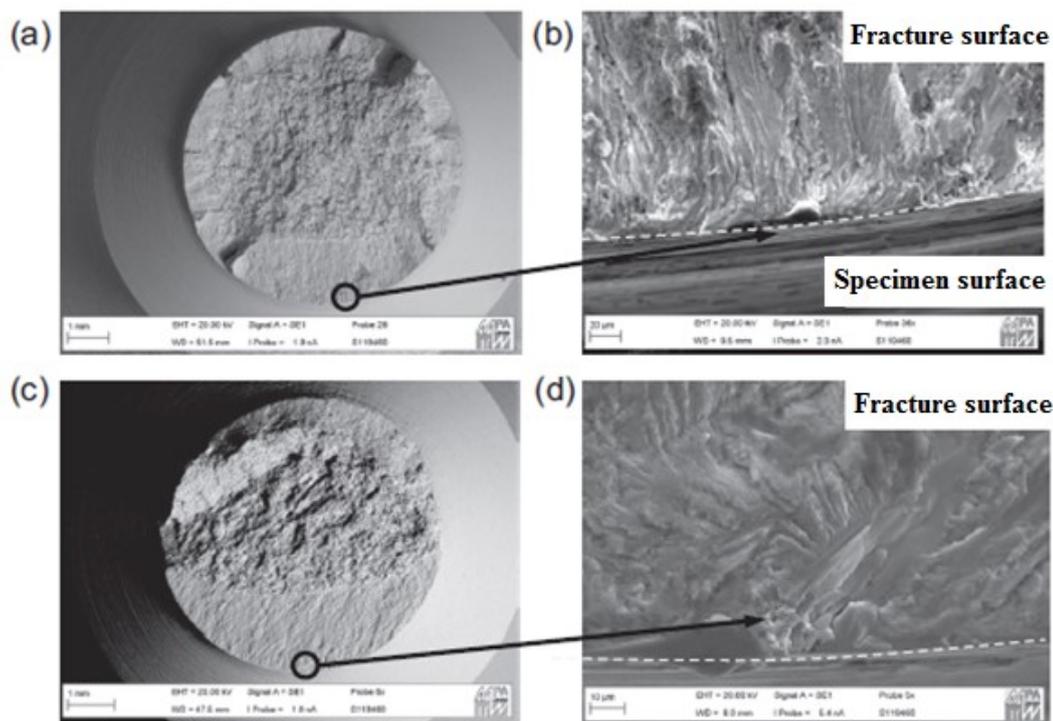


Figure III. 10. Surface de fracture et site d'initiation des fissures des échantillons entaillés en alliage d'aluminium 5083 : (a), (b) spécimen étudié à amplitude de contrainte = 91 MPa, $N_f = 4,75 \times 10^5$, (c), (d) spécimen étudié à amplitude de contrainte = 55 MPa, $N_f = 2,10 \times 10^6$, $f = 20$ kHz [84].

III.1.6. Différents stades en fatigue

III.1.6.1. Chargement

Le chargement sinusoïdales périodiques est basé sur la contrainte statique σ_s et l'amplitude de contrainte σ_a . La figure III.11 présente le cycle de contrainte de fatigue. Les différents types de contraintes montrés dans la figure III.12 dépendent du rapport de contrainte $R = \sigma_{\min} / \sigma_{\max}$ et correspondent aux contraintes statique et dynamique de même nature. On peut

trouver aussi des cas où il y'a des contraintes combinées qui ne sont pas de la même nature par exemples traction statique et torsion dynamique, flexion et torsion dynamique [74].

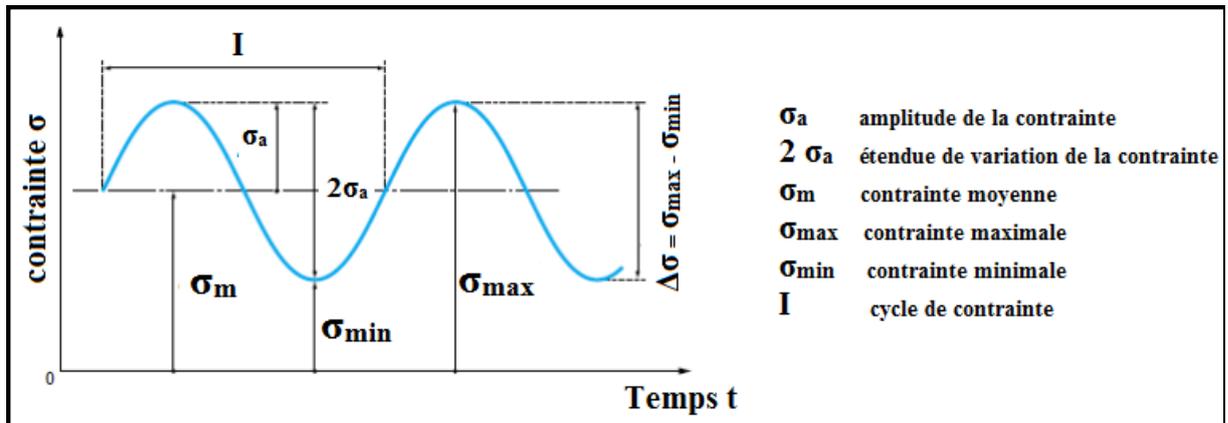
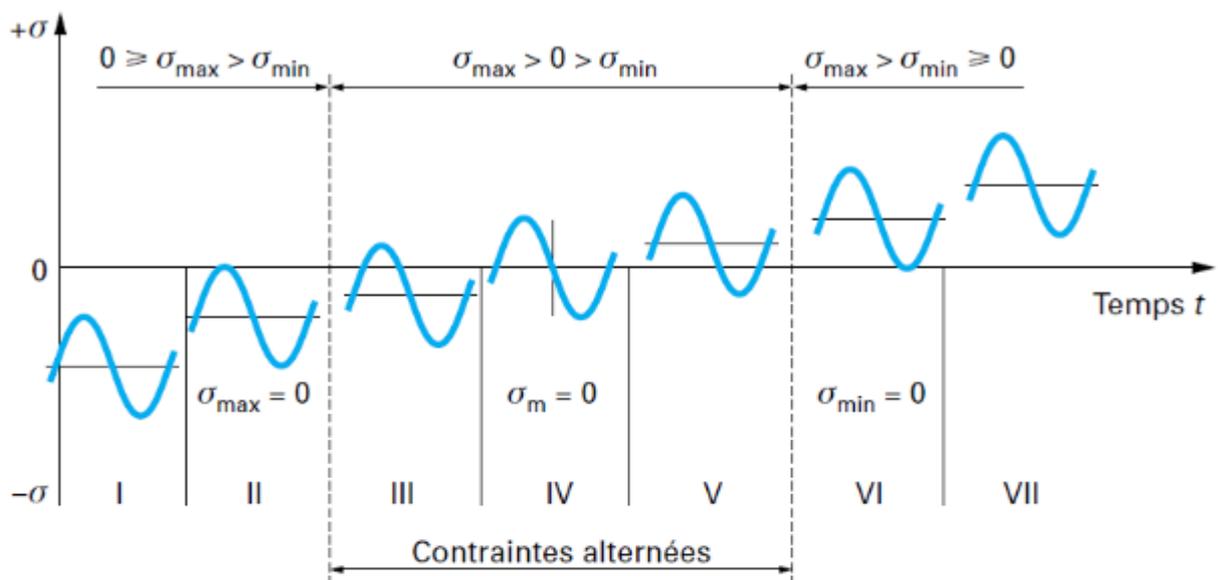


Figure III. 11. Cycle de contrainte de fatigue [74].



- I contrainte ondulée de compression : $1 < R_\sigma < +\infty$
- II contrainte répétée de compression : $R_\sigma \rightarrow +\infty$
- III contrainte alternée dissymétrique : $-\infty < R_\sigma < -1$
- IV contrainte purement alternée : $R_\sigma = -1$
- V contrainte alternée dissymétrique : $-1 < R_\sigma < 0$
- VI contrainte répétée de traction : $R_\sigma = 0$
- VII contrainte ondulée de traction : $0 < R_\sigma < 1$

Figure III. 12. Types de cycles de contrainte [74].

III.1.6.2. Diagramme d'endurance

Un essai de fatigue est considéré simple lorsqu'il y'a des éprouvettes avec un bon état de surface subissent à des contraintes cycliques sinusoïdaux, d'amplitude maximale et de fréquence constantes [85]. Par conséquent le nombre de cycle à rupture correspond à une amplitude de contrainte, chaque éprouvette présente un point du plan (σ , N) et le nuage de ces points constitue la courbe de Wöhler (figure III.13).

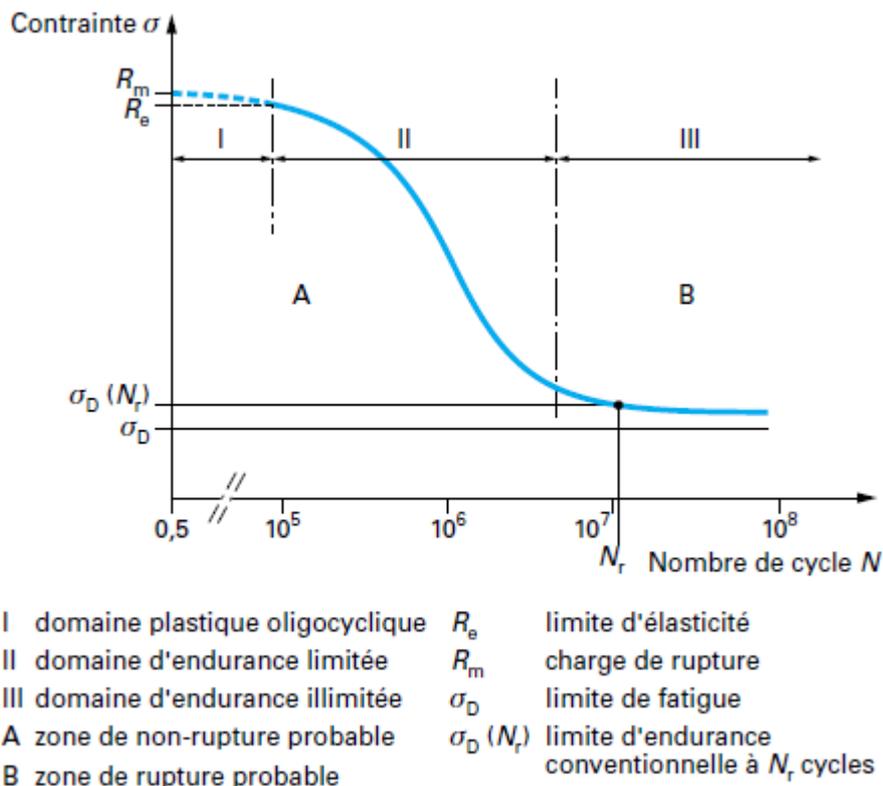


Figure III. 13. Courbe de Wöhler [85].

Domaine plastique oligocyclique

Dans ce domaine la rupture se fait à un nombre de cycle faible de 0,5 jusqu'à 10^4 ou 10^5 à cause de l'application d'une amplitude de contrainte élevée ; au cours de chaque cycle de contrainte il y'aura une déformation plastique notable. D'après Coffin [86] la relation entre la déformation plastique et le nombre de cycle à la rupture est montrée comme suit :

$$\Delta \epsilon_p / 2 = A (2N_r)^a \dots \dots \dots (9)$$

A et a : constantes liées aux matériaux.

Domaine d'endurance limitée

On peut déterminer ce domaine à travers un nombre de cycles limité entre 10^5 et 10^7 où la rupture se fait sans déformation plastique mesurable. La décroissance du nombre de cycles à rupture dépend de la croissance de contrainte appliquée. D'après Wöhler la relation qui relie N_r et σ est la suivante :

$$\lg N_r = a - b \sigma \dots \dots \dots (10)$$

a et b : constantes déterminées expérimentalement.

Domaine d'endurance illimitée

La durée de vie devient infinie quand la contrainte est inférieure à la limite d'endurance σ_D [76]. Cependant, plusieurs recherches prouvent que, dans le régime de cycle élevé, la résistance à la fatigue diminue avec la croissance du nombre de cycles même si des effets de corrosion ou de température n'existent pas [87].

III.2. Fatigue - corrosion

L'expression fatigue – corrosion ait été utilisée par McAdam [88] en 1926, et ce n'est qu'en 1971 que s'est tenue à Storrs, Connecticut, USA, une conférence internationale [89] sur ce problème complexe. Après une vingtaine d'années, Kohler [90], Wisconsin, USA, a proposé de nouvelles directions de recherches en fatigue-corrosion. Quelques publications passent en revue les théories actuelles et en soulignent les faiblesses en fonction du matériau considéré. La fatigue-corrosion a deux grands mécanismes ; la fragilisation par l'hydrogène et la théorie de la dissolution/repassivation.

On rappelle les mécanismes d'amorçage et de propagation de fissure par fatigue-corrosion.

III.2.1. Amorçage des fissures**III.2.1.1. Environnement aqueux**

La phase de propagation est décrite de façon satisfaisante par les lois de Paris. Le cas de l'amorçage de la fatigue sous condition de passivité électrochimique est exprimé par (formation d'un film d'oxyde/ rupture). Le film d'oxyde qui a une relation avec la vitesse de repassivation électrochimique est localement fracturé par l'application de contraintes cycliques. Chaque fracture du film résulte en une dissolution locale du métal donc formation d'une micro entaille. Des fissures de fatigue-corrosion s'amorcent lorsque cette entaille atteint

des dimensions suffisantes. Cet endommagement périodique est lié aux paramètres mécaniques [91]. La figure III.14 présente la rupture par fatigue-corrosion sur l'alliage d'aluminium 7075-T7351 dans 5.0 % NaCl [92].

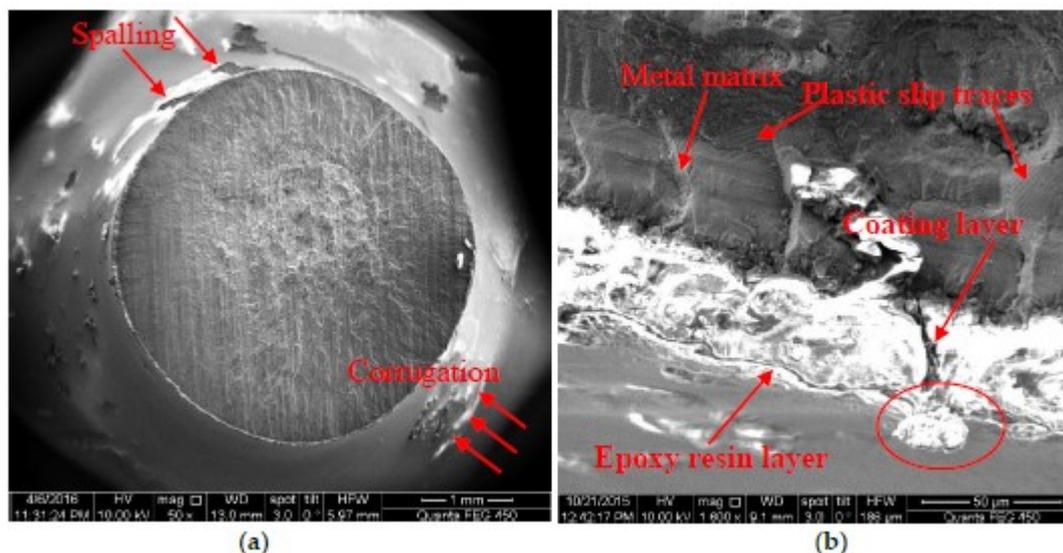


Figure III. 14. Micrographes MEB pour fatigue-corrosion ($\sigma = 102$ MPa, $N_f = 201,100$) dans une solution à 5.0 % NaCl : (a) barre de l'échelle 1 mm, et (b) 0,05 mm [92].

III.2.1.2. Environnement gazeux

L'environnement gazeux ne fait que renforcer l'irréversibilité du glissement par l'intermédiaire d'atomes d'oxygène qui seraient adsorbés sur les surfaces métalliques [93]. La formation d'un film d'oxyde empêche l'échappement des dislocations à la surface libre. Dans les alliages d'aluminium, la vapeur d'eau est un contributeur majeur dans l'amorçage des fissures. Le mécanisme est soit une fragilisation à l'hydrogène, soit un renforcement de l'irréversibilité du glissement [94].

III.2.2. Propagation des fissures

Les milieux corrosifs conduisent toujours à une réduction de la durée de vie des matériaux. L'augmentation des vitesses de fissuration peut atteindre plusieurs ordres de grandeur. Pour des ΔK proche du seuil de propagation, le régime de propagation des fissures de fatigue n'est pas bien connu. L'environnement pourrait augmenter les vitesses de fissuration et diminuer le seuil de propagation observé en atmosphère ambiante. L'exposant de la courbe de Paris dans la relation N° 5 y est plus faible (figure III.9). La fissuration est

limitée par un mécanisme chimique peu influencé par une sollicitation mécanique plus élevée. Pour des ΔK proches de K_c , les vitesses de fissuration en milieu corrosif deviennent similaires à celles mesurées à l'air. En général, les courbes $da / dN - \Delta K$ ne suivent pas uniquement la loi de Paris dans la relation $N^{\circ 5}$ (figure III.9) sur tout le domaine de ΔK [78].

III.2.2.1. Effet de la contrainte moyenne

La contrainte moyenne est mesurée par le rapport $R = K_{\min} / K_{\max}$. À faible vitesse de fissuration, une augmentation des vitesses de fissuration résulte d'une augmentation de ce rapport en environnement inerte et corrosif. Ce phénomène est expliqué par la fermeture dans les conditions de la fatigue - corrosion en milieu aqueux [95]. Jusqu'à maintenant, l'effet du rapport R n'a pas été bien dissocié de l'effet de la contrainte moyenne. Un effet important de la contrainte moyenne pour des ΔK supérieurs à K_{ISCC} est décrit par quelques modèles de fragilisation à l'hydrogène [96]. Donc, on ne peut pas dissocier entre accélération de la fragilisation à l'hydrogène et la réduction du phénomène de fermeture de fissure.

III.2.2.2. Effet de la fréquence

L'effet de fréquence est en fonction du facteur d'intensité de contraintes appliqué. Deux comportements ont été remarqués dans la région du seuil de propagation. Soit, la vitesse de fissuration augmente avec la fréquence, soit-elle ne varie pas. Le comportement de type 1 est rarement remarqué. Celui de type 2 est valable pour la majorité des aciers, titanes et alliages d'aluminium. En dessous du seuil de corrosion sous-tension, une diminution de fréquence peut aussi se traduire par une diminution de la vitesse de fissuration. On peut expliquer ce phénomène par une passivation du fond de fissure. Une diminution de la fréquence se traduit par une diminution de la vitesse de déformation en fond de fissure. Le film d'oxyde protecteur est donc moins endommagé. On remarque une augmentation des vitesses de fissuration lorsque la fréquence décroît dans le domaine des facteurs d'intensité de contraintes modérés, où le matériau approche le seuil de corrosion sous-tension. Un effet de saturation est noté à basse fréquence [78].

III.2.3. Modèles de fatigue - corrosion

Les modèles chimico-mécaniques agissent au fond de fissure et une nouvelle approche de la fatigue-corrosion est constitué dans la zone d'endommagement. Ces modèles [90] prédisent l'effet de la fréquence d'essai, du potentiel d'électrode, de la composition de l'environnement et de l'activité des gaz. Cependant, ces modèles présentent toujours des mécanismes

fondamentaux de la fragilisation par l'hydrogène et des incertitudes dues aux mécanismes d'endommagement du fond de fissure. En fatigue-corrosion, il n'existe pas encore un modèle pour décrire une zone d'endommagement en avant de la fissure. Donc, l'effet de la limite d'élasticité, du facteur d'intensité de contraintes et de la microstructure ne peut pas être prédit.

III.2.3.1. Modèle de dissolution / repassivation

Il est suggéré que l'augmentation de la vitesse de fissuration en fatigue-corrosion était entièrement due à la quantité de métal dissoute en fond de fissure. Ce modèle suppose que le métal est dans le domaine de passivité. Dans ce dernier, le métal est thermodynamiquement instable. Sa stabilité apparente n'est due qu'au film d'oxyde. Le film d'oxyde est fracturé par la déformation imposée au fond de fissure. La surface exposée se corrode rapidement pendant que le film se reforme. Donc, chaque cycle de fatigue crée un incrément de fissure. Le taux de déformation et la fréquence sont les paramètres importants [97]. La figure III.15 présente le modèle de dissolution/ repassivation du film d'oxyde [78].

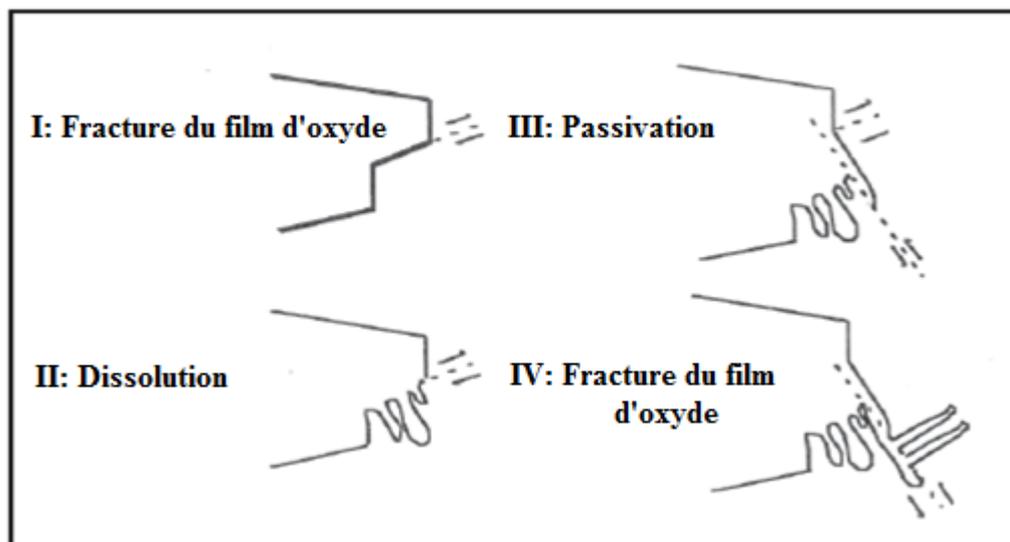


Figure III. 15. Modèle de dissolution/ repassivation du film d'oxyde [78].

III.2.3.2. Modèle de fragilisation à l'hydrogène

En environnement gazeux, les espèces chimiques qui peuvent se décomposer en donnant de l'hydrogène fragilisent les matériaux. Par exemple, la résistance des alliages d'aluminium est dégradée par la vapeur d'eau dans des conditions où un électrolyte ne peut pas être formé en fond de fissure. Lorsqu'un matériau a été exposé à un environnement contenant de

l'hydrogène et est ensuite essayé en environnement inerte, il montre une augmentation de la vitesse de fissuration. Ce phénomène disparaît si l'on applique un traitement thermique [78]. Une éprouvette de traction à entaille simple est modifiée et exposée à un environnement salin pour étudier la corrosion (comportement de croissance des fissures de fatigue des alliages d'aluminium 5083, 6005 et 7N01). La durée de propagation de la fissure de fatigue, taux de fissuration en fatigue-corrosion (da/dN) ont été testées. Les résultats ont montré que le taux de propagation des fissures de fatigue de 7N01 dans 3,5% NaCl à était significativement plus élevé que celui des alliages 6005 et 5083. Les mécanismes de dissolution anodique et de fragilisation par l'hydrogène sont utilisés pour expliquer les résultats. La fractographie révèle que le CFCP de l'alliage 7N01 dans une solution de 3,5%NaCl à suit principalement le mécanisme de fragilisation par l'hydrogène, tandis que les alliages 6005 et 5083 prennent la dissolution anodique comme mécanisme [98]. La figure III.16 présente le modèle de la fragilisation des métaux par l'hydrogène [99].

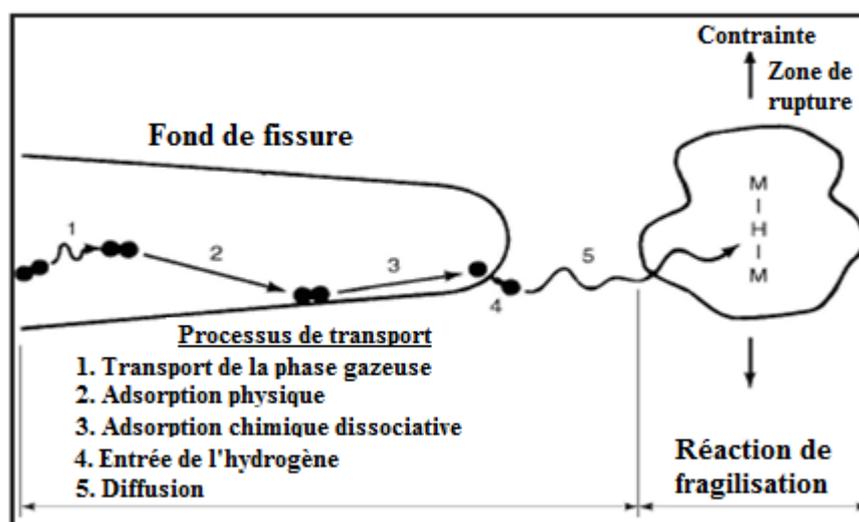


Figure III. 16. Modèle de la fragilisation des métaux par l'hydrogène [99].

**Chapitre IV : Analyse bibliographique
(Travaux antérieurs)**

IV. Analyse des travaux antérieurs

Ce chapitre concerne une analyse bibliographique des travaux de recherche antérieurs sur le comportement en fatigue et fatigue-corrosion des alliages d'aluminium et l'aluminium 1050A d'après plusieurs chercheurs.

Ilman MN et al (2014) ont étudié le comportement de la propagation de fissure en fatigue (environmentally assisted fatigue crack propagation EAFCP) d'alliage d'aluminium AA 2024-T3 dans une solution de 3,5% NaCl contenant divers niveaux d'inhibiteur de chromate ($\text{Cr}_2\text{O}_4^{2-}$), typiquement 0,1, 0,3 et 0,5%. Ils ont trouvé qu'il y a une diminution du taux de corrosion lorsque l'inhibiteur de chromate est ajouté et ses ions peuvent inhiber la propagation de fissure en fatigue d'alliage d'aluminium AA2024-T3 et l'amélioration de la passivité de ce matériau due à l'augmentation dans la concentration de cet inhibiteur [100].

Ishihara S et al (2008) ont étudié la densité de la piqûre de corrosion et le comportement de croissance des puits par les observations successives du processus de fatigue-corrosion dans une solution de 3%NaCl en utilisant aluminium pur (99%) JIS 1100-H14. Ils ont trouvé que l'amplitude de la contrainte n'a aucune influence sur la croissance et la densité des piqûres de corrosion dans l'immersion complète. Le taux de croissance et la densité des piqûres de corrosion augmentent lorsque le débit de ruissellement diminue et les influences de l'amplitude de la contrainte sont très claires dans les tests de goutte à goutte [9].

Withy B et al (2014) ont réalisé des tests de fatigue à amplitude constante en utilisant des échantillons sur alliage d'aluminium 7075-T651, dans une solution aqueuse à 3,5% de NaCl, et l'effet de la présence ou de l'absence de travail à froid et la corrosion sur la durée de vie en fatigue est étudiée. Ils ont constaté que la nucléation des sites de fissures fournis par la corrosion près des trous de travail à froid et l'amélioration de la vie de fatigue par des effets de travail à froid n'a pas réduit par la corrosion. Aussi, l'augmentation de la performance de fatigue (par rapport au travail non-froid, base non-corrodé) était due à la plus faible concentration de contraintes causée par la piqûre de corrosion [101].

Pereira MC et al (2012) ont évalué la corrosion par piqûres d'aluminium commerciale pur (1050-F) par l'immersion dans des solutions de NaCl naturellement aérées. Ils ont trouvé que les piqûres sont plus larges que profondes. Certains nucléés dans cavités de caractéristiques géométriques identiques. Piqûres stables ont augmenté rapidement après la nucléation. Le temps d'immersion a une influence sur la taille et la forme de la piqûre plus que la concentration de chlorure, et l'initiation ou la nucléation des piqûres peut être le meilleur

associé au rôle des ions chlorure. Les piqûres sont hémisphériques, sans la même variation de profondeur, associée à une augmentation du temps d'immersion [102].

Soliman MS et al (2012) ont étudié l'amélioration de la résistance statique et à la fatigue de l'aluminium 1050 traité par pressage angulaire du canal égal utilisant deux voies. Ils ont remarqué la formation de plans de clivage et de fossettes suggérant une micro-plasticité (localisée) au niveau des bandes de déformation au niveau de la zone plastique de la fissure, le degré de micro-plasticité augmente avec l'amplitude de contrainte appliquée. Aussi, l'apparence du clivage domine la surface de la fracture, des zones de fossettes très limitées sont notées et la surface de fracture comporte un mode mixte de fossettes et de certains plans de clivage [29].

Sakin R (2016) a étudié la résistance à la fatigue en flexion des feuilles d'aluminium AA1050 basé sur la direction de laminage. Il a trouvé que des régions de fatigue se sont produites de la surface supérieure au centre de la section transversale, et une région de fracture soudaine s'est produite au centre de la section transversale. Ainsi, la fracture soudaine s'est toujours produite dans la zone médiane [103].

Höppel HW et al (2016) ont amélioré la durée de vie en fatigue dans des composites métalliques laminés 1050A / 5005 produits par une liaison en rouleau accumulative. Ils ont conclu que les fissures de fatigue se forment à un stade ultérieur en conséquence des zones plus grossières. Mais les fissures ne se propagent pas à travers toute la feuille composite. Ils sont bloqués à l'interface de la couche, en raison de la dureté élevée de la couche des grains ultra-fin (UFG) d'alliage d'aluminium 5005 [104].

Naeimi M et al (2017) ont étudié la corrélation entre la microstructure, les propriétés de traction, et la durée de vie en fatigue de l'alliage d'aluminium AA1050 traité par extrusion au cisaillement pur. Ils ont constaté que la durée de vie en fatigue des échantillons diminuer avec le traitement ultérieur par la technique d'extrusion à cisaillement pur (pure shear extrusion PSE) qui est introduite en tant que nouvelle technique de déformation plastique sévère (SPD). Le processus consiste à presser un échantillon dans une matrice spécialement conçue dans laquelle la section transversale de la zone de déformation passe d'un carré à un diagonale, puis revient au carré de sa géométrie initiale [105].

Eivani AR et al (2017) ont étudié l'évolution de la microstructure et les propriétés de fatigue d'alliage d'aluminium 1050A sévèrement déformé. Ils ont conclu que la surface de fracture des échantillons traités par la technique d'extrusion par torsion (twist extrusion TE)

qui est un processus de déformation plastique sévère développé au cours des cinq dernières années a montré que les fissures sont initiées à partir d'emplacements préférentiels et se sont déplacées vers le centre jusqu'à la fracture ductile au centre, la surface de fracture ductile s'est avérée être réduite dans les spécimens traités tandis que les largeurs des stries sont augmentées. En plus, la rupture est commencé à partir de la surface avec la contrainte maximale, la zone de fracture ductile est plus petite pour les échantillons ayant une résistance plus élevée [106].

Höppel et al (2011) ont étudié l'influence de la taille des grains et l'état des précipitations sur la durée de vie en fatigue et les mécanismes de déformation d'aluminium commerciale pure 1050A et l'alliage d'aluminium 6082 dans le régime de fatigue à cycle très élevée (very high cycle fatigue VHCF). Ils ont remarqué que la force de la phase la plus faible ou le détail de la microstructure et la zone de déformation plastique localisée maximale déterminent les sites d'initiation de la fissure dans le régime de fatigue à cycle très élevée. Ainsi, pour l'état tel que reçu, la fissure a commencé à l'intérieur de l'échantillon et le chemin de la fissure était de 90° par rapport à l'axe de contrainte [107].

N Pause et al (2006) ont étudié la fatigue et la fatigue-corrosion de tôles d'aluminium 2024-T351 présentant des défauts de corrosion localisée. Ils ont remarqué que des défauts semi-elliptique de profondeur 200 µm se forment très rapidement. Sous chargement cyclique, ce défaut se développe en une fissure courte intergranulaire ensuite transgranulaire. En fatigue-corrosion, le facteur d'accélération par rapport au milieu neutre reste faible, de l'ordre de 2 à 3, similaire avec ce qui est observé sur des fissures longues [108].

Moreto et al (2017) ont évalué l'effet de corrosion localisée sur la progression de fissuration par fatigue (FCG) d'alliage d'aluminium 2198-T851 et l'alliage Al-Li, en comparaison avec alliage d'aluminium 2524-T3, immergés dans l'eau de mer. Les résultats ont montré que les caractéristiques localisées des alliages d'aluminium 2198-T851 et 2524-T3 sont essentiellement liés à l'existence de composés intermétalliques qui, en raison de leur nature différente, peut être cathodique ou anodique par rapport à la matrice d'aluminium. Le milieu corrosif a affecté le taux FCG des deux alliages d'aluminium, d'une manière assez similaire [109].

Skeldon P et al (2016) ont étudié l'influence des additions de nickel et de magnésium sur le comportement électrochimique d'aluminium 1050A dans la solution d'acide nitrique. Ils ont conclu que l'addition du nickel a mené à une augmentation de la piqûre de corrosion ; en plus,

elle a réduit le taux de dissolution des particules intermétalliques pendant la polarisation anodique et a augmenté pendant la polarisation cathodique. L'addition du magnésium a eu l'influence négligeable sur le comportement cathodique des particules intermétalliques [110].

Chung MK (2004), Song D (2009), Sherif EM (2013), Wei W (2014), Abdulstaar M (2014) et al ont amélioré la résistance d'Al 1050 par la déformation plastique sévère telle que la technique d'extrusion par le pressage angulaire à canaux égaux (equal channel angular pressing ECAP). Le procédé consiste à forcer (extrusion) le matériau à travers des canaux inclinés de même section. La procédure est souvent répétée plusieurs fois ; la technique d'extrusion par la déformation plastique sévère (severe plastic deformation SPD) qui est une méthode de production de métaux et d'alliages non poreux d'une taille de grain d'environ 100 nm ; la technique d'extrusion de sertissage rotatif (rotary swaging RS) qui permet de former avec précision des tubes, des barres où le formage oscillant se déroule en plusieurs petites étapes de traitement pour obtenir un matériau homogène ; et la technique d'extrusion par le multi-colaminage (accumulative roll bonding ARB) qui est basé sur le laminage d'un empilement de tôles métalliques, qui sont soumises à un taux de réduction sévère à plusieurs reprises, découpées en deux moitiés, empilées à nouveau et laminées. Ces techniques montrent que la résistance à la corrosion des grains ultra-fins (UFG) d'aluminium est améliorée. Il est de ce fait prometteur pour augmenter la résistance à la corrosion pour obtenir des meilleures propriétés mécaniques [111-115].

Jian et al (2017) ont étudié l'influence de la microstructure sur le comportement de propagation des fissures en fatigue d'alliage d'aluminium Al-Cu-Mg de 30 mm et 55 mm d'épaisseur. Ils ont conclu que le taux de propagation de la fissure de la feuille de 30 mm semble plus sensible à la variation de la dispersion du facteur d'intensité de contrainte à l'extrémité de la fissure et que la vitesse de propagation est plus lente par rapport à la feuille de 55 mm [116]. La figure IV.3 présente les courbes de relation entre le taux de propagation de la fissure et la dispersion du facteur d'intensité de contrainte pour une épaisseur de 30 mm (figure 3a), et une épaisseur de 55 mm (figure 3b).

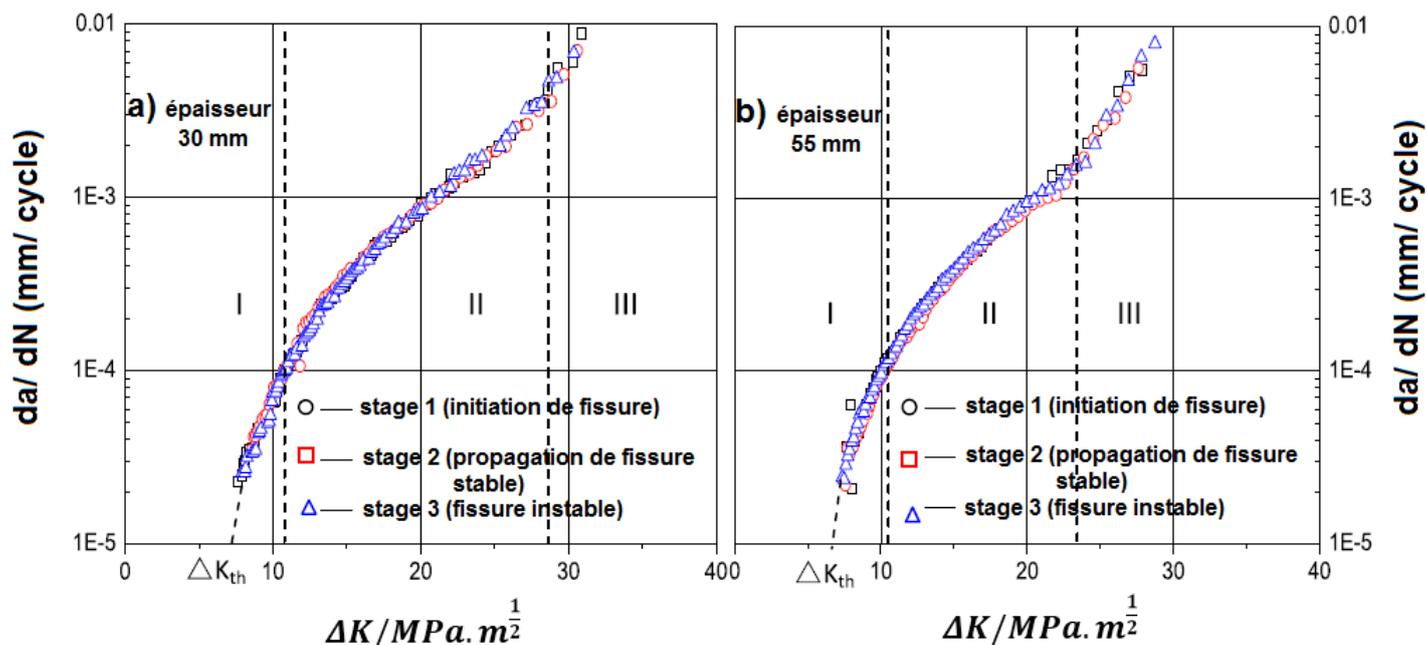


Figure IV. 1. Courbes de relation entre le taux de propagation de la fissure et la dispersion du facteur d'intensité de contrainte (a) épaisseur de 30 mm, (b) épaisseur de 55 mm [116].

Wang et al (2016) ont caractérisé le comportement de croissance des fissures dues à la fatigue-corrosion. Des tests de croissance des fissures de fatigue-corrosion sont effectués sur des alliages d'aluminium 2524-T3 et 7050-T7451 soumis à des charges à amplitudes constantes et de spectre aléatoires sous les environnements d'air sec et de solution de chlorure de sodium à 3,5%. Une méthodologie pratique d'accumulation de fissures est élaborée pour évaluer la vie résiduelle de la croissance de fissure en fatigue-corrosion sous chargement aléatoire en fonction de la modification du modèle de Willenborg-Chang. Une corrélation raisonnable est atteinte entre les prédictions et les expériences, démontrant l'utilisation pratique et efficace de la proposition du modèle [117]. La figure IV.4 présente les surfaces de fatigue et de fatigue-corrosion sur des alliages d'aluminium 2524-T3 et 7050-T7451 soumis à des charges à amplitudes constantes sous les environnements d'air sec et de solution de chlorure de sodium à 3,5% [117].

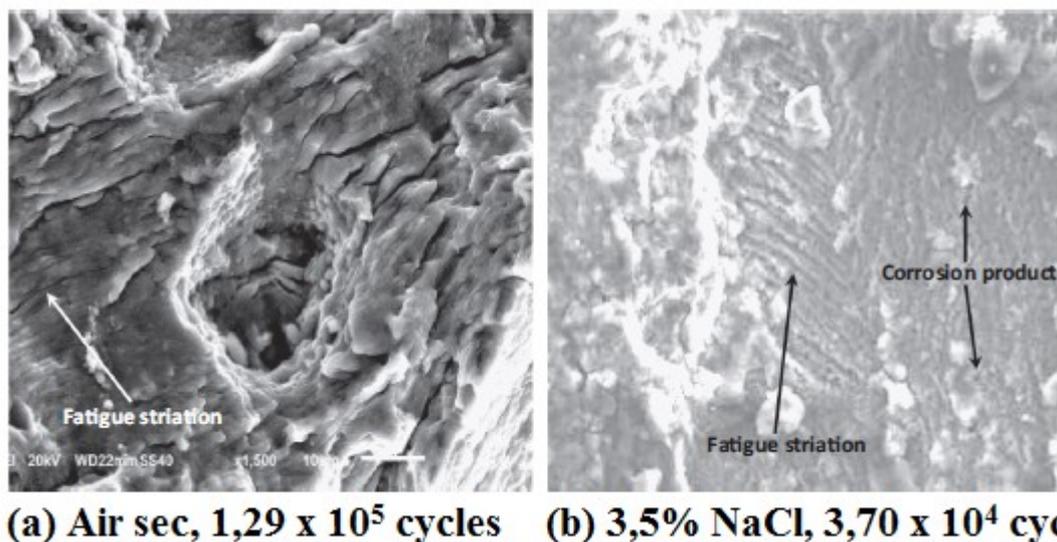


Figure IV. 2. Les images fractographiques pour l'alliage d'aluminium 2524-T3 soumis au chargement à amplitude constant ($R = 0.06$, $S_{max} = 182$ MPa) [117].

Firas Ali Jasim Al-Mahaweeli et al (2017) ont effectué des tests de fatigue-corrosion en utilisant des contraintes de flexion rotatives et en contrôlant la contrainte au taux de contrainte $R = -1$ et à la température ambiante. Les milieux corrosifs utilisés dans cette étude étaient de l'eau de Shatt-Arab (Sh. A. W.) à (100 colonies de champignons).

Les résultats ont indiqué que les colonies de champignons ont un effet significatif sur la résistance à la fatigue. Et la réduction de la durée de vie de la résistance à la fatigue aux 10^7 cycles pour des spécimens corrodés était de 15% par rapport à la résistance à la fatigue sèche. La fatigue due à la corrosion sous tous les niveaux de contrainte est réduite par rapport à la fatigue sèche [118].

Yang H et al (2017) ont effectué des essais de fatigue en flexion rotative pour évaluer la performance en fatigue-corrosion et ses facteurs d'influence sur l'alliage d'aluminium 7075-T7351 dans différents milieux, à savoir l'air et une solution aqueuse à 5,0% NaCl. Les résultats révèlent que l'échantillon avec un revêtement de 10 μm d'épaisseur et un traitement d'étanchéité des pores par résine époxy possède des performances optimales de résistance à la corrosion dans les différents milieux. Ils ont remarqué que le traitement d'étanchéité des pores améliore de manière significative la limite de fatigue à la corrosion de l'alliage d'aluminium 7075-T7351 [92].

Weber M et al (2017) ont immergé l'alliage d'aluminium 6061-T6 dans une solution de 3,5% NaCl à pH 2 pendant 2 jours et 24 jours pour créer des défauts de surface distincts. L'analyse des surfaces de fracture a montré que les tailles des piqures qui ont conduit à l'initiation des fissures de fatigue étaient très différentes dans les deux ensembles de données corrodés [119]. La figure IV.5 présente l'initiation des puits de corrosion d'alliage d'aluminium 6061-T6 dans une solution de 3,5% NaCl à pH 2 pendant 2 jours et 24 jours.

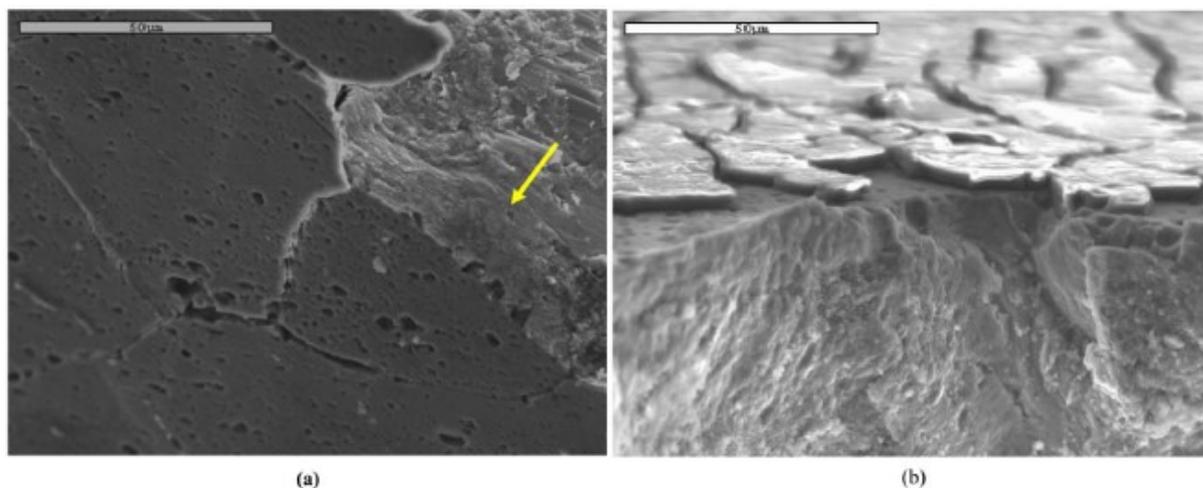


Figure IV. 3. Fractographie présente l'initiation des puits de corrosion après (a) 2-jours de corrosion ($\sigma_{\max} = 230$ MPa, $N_f = 25,800$ cycles), et (b) 24-jours de corrosion ($\sigma_{\max} = 230$ MPa, $N_f = 30,800$ cycles) [119].

Huang Y et al (2016) ont effectué des essais de fatigue uniaxial pour étudier l'effet des puits de corrosion dans une solution de 3.5% NaCl sur le comportement en fatigue de l'alliage d'aluminium 7075-T6. Ils ont remarqué que les dommages de 24 h corrosion sont faibles, donc son influence sur l'initiation de la fissure de fatigue peut être négligée. Avec l'augmentation de la durée de corrosion de 24 h à 240 h, la durée de vie en fatigue est réduite pour $R = 0,5$ et $R = 0,06$ [120].

Menan F et al (2009) ont étudié l'influence de la fréquence et le milieu corrosif de 3,5% NaCl sur le comportement de la fissure en fatigue-corrosion d'alliage d'aluminium 2024. Ils ont observé deux régimes, le premier, rencontré pour les fréquences allant de 2,5 à 10 Hz, est caractérisé par des vitesses de fissuration supérieurs à ceux mesurés dans l'air et l'eau distillée. Les vitesses de fissuration ne dépendent pas de la fréquence dans la gamme 2,5-10 Hz. Le deuxième apparaît pour des fréquences égales et inférieures à 1 Hz. Dans ce régime, la

propagation est plus lente que à 2,5 Hz et aux fréquences plus élevées. La figure IV.6 présente le taux de propagation des fissures de fatigue-corrosion à différentes fréquences dans 3.5% NaCl et par rapport aux données obtenues dans l'air et l'eau distillée [121].

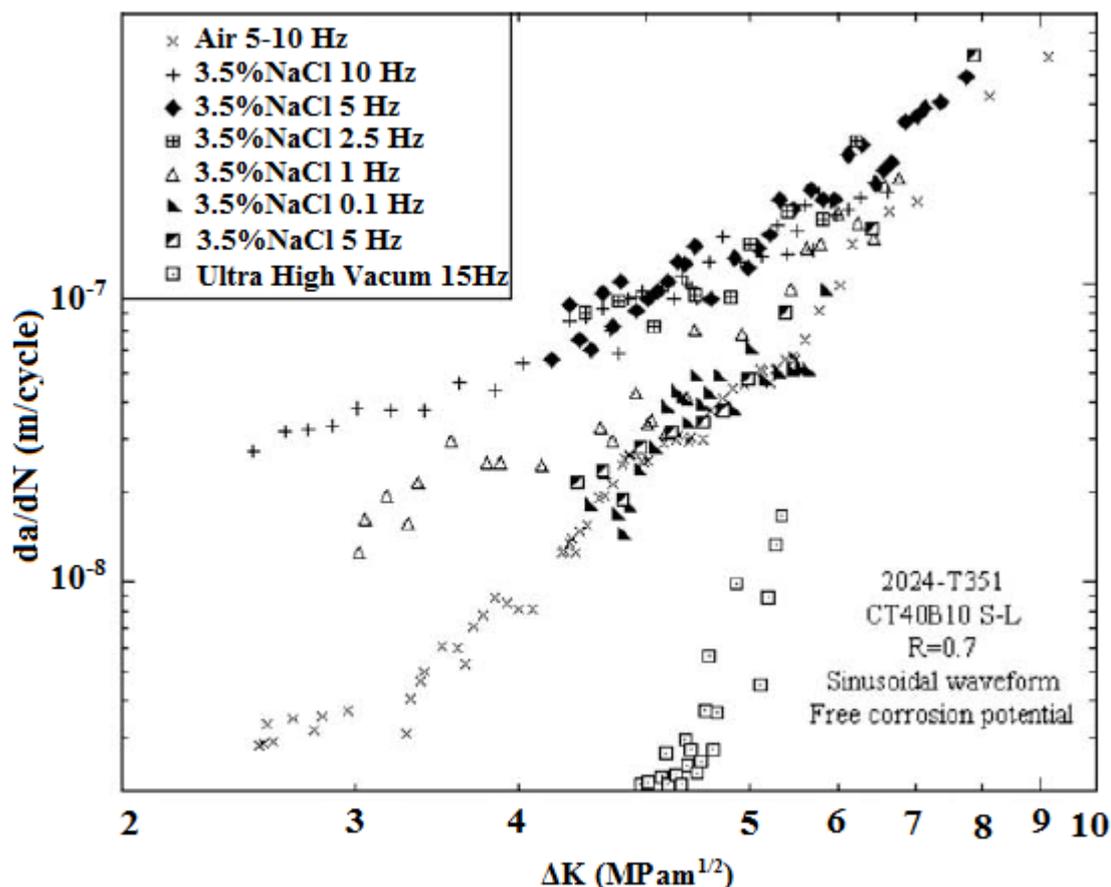


Figure IV. 4. Taux de propagation des fissures de fatigue-corrosion à différentes fréquences et par rapport aux données obtenues dans l'air et l'eau distillée [121].

Höppel H et al (2011) ont étudié l'influence de la taille des grains et l'état des précipitations sur la durée de vie en fatigue et les mécanismes de déformation d'aluminium commerciale pure 1050A et l'alliage d'aluminium 6082 dans le régime de fatigue à cycle très élevée (very high cycle fatigue VHCF).

La figure IV.7 présente l'influence des différentes microstructures de l'aluminium 1050A sur la durée de vie en fatigue. Bien que la limite de fatigue classique pour les gros grains d'aluminium 1050A se trouve à environ 30 MPa, pour la microstructure des grains ultrafins est à environ 75 MPa. Par conséquent, cette dernière augmente la limite de fatigue classique

par un facteur d'environ 2,5. Il est remarquable que toutes les fissures aient commencées à la surface pour toutes les éprouvettes rompues dans l'essai de fatigue [107].

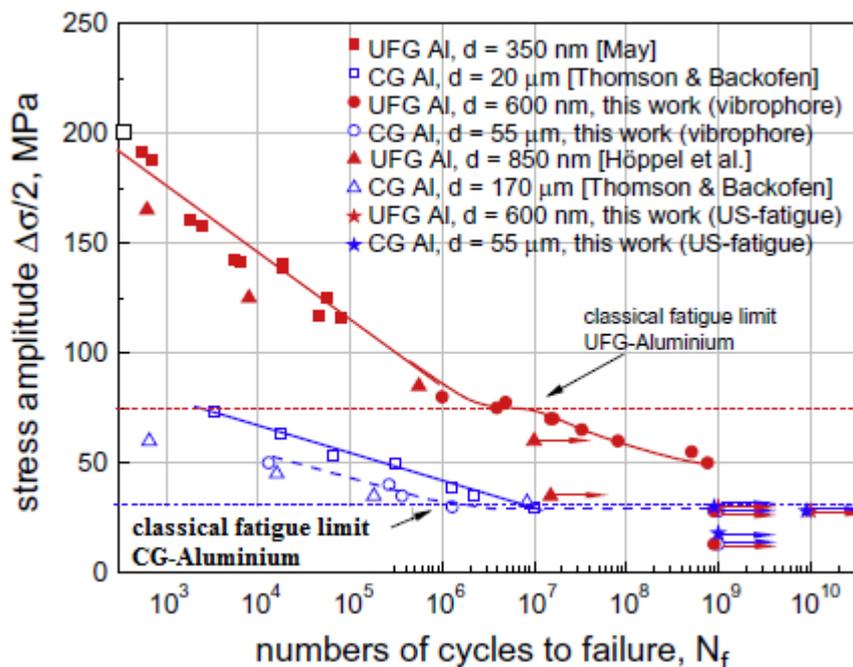


Figure IV. 5. Courbe de Wöhler d'Aluminium 1050A avec des grains gros et ultrafins [107].

Soliman MS et al (2012) ont amélioré la résistance à la fatigue de l'aluminium 1050 traité à travers la technique d'extrusion par le pressage angulaire à canaux égaux (equal channel angular pressing ECAP) utilisant deux voies [29]. Les données des amplitudes de contraintes et les nombres des cycles, N_f pour les spécimens d'Al (1050) avec une pureté de 99,5% traités par la technique ECAP en deux et quatre passes suivant les voies A et B_c sont présentés sur la figure IV.8. Ils suggèrent que la résistance à la fatigue pour le cycle de fatigue élevé est liée avec la limite élastique et la résistance à la traction et lorsque la force statique augmente avec le nombre de passes pour le même voie la résistance à la fatigue augmente aussi. D'un autre côté, les échantillons 2B_c présentaient une résistance à la fatigue plus élevée par rapport à 2A. La résistance à la fatigue est presque similaire pour 4A et 4B_c. La limite d'endurance ($N = 10^7$ cycles) augmente avec la force statique par rapport aux gros grains d'Aluminium [29].

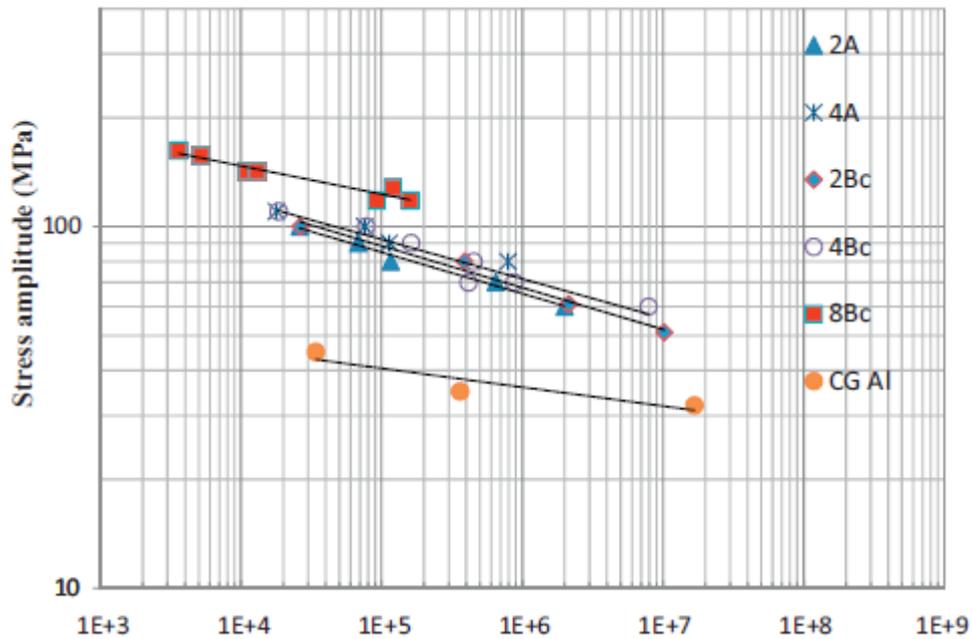


Figure IV. 6. Dépendance de l'amplitude de contrainte sur le nombre de cycles à rupture, $2N_f$ pour les échantillons traités par la technique ECAP (2A, 2Bc, 4A et 4Bc, ce travail) et gros grains d'Al (CG Al) et 8Bc [29].

Abdulstaar MA et al (2014) ont étudié le comportement en fatigue de l'aluminium 1050A traitée par la technique d'extrusion de sertissage rotatif (rotary swaging RS). La figure IV.9 présente la courbe de Wöhler des éprouvettes lisses avec différentes tailles de grains. Il est clair que la durée de vie en fatigue du matériau lisse avec des grains ultrafins est plus élevée que celui des matériaux avec fins et gros grains. La limite de fatigue du matériau avec ultrafins grains est environ 125 et 80% plus élevé que celui des autres matériaux ; cela peut être attribué à la forte densité de dislocations accumulée pendant le laminage à froid [122].

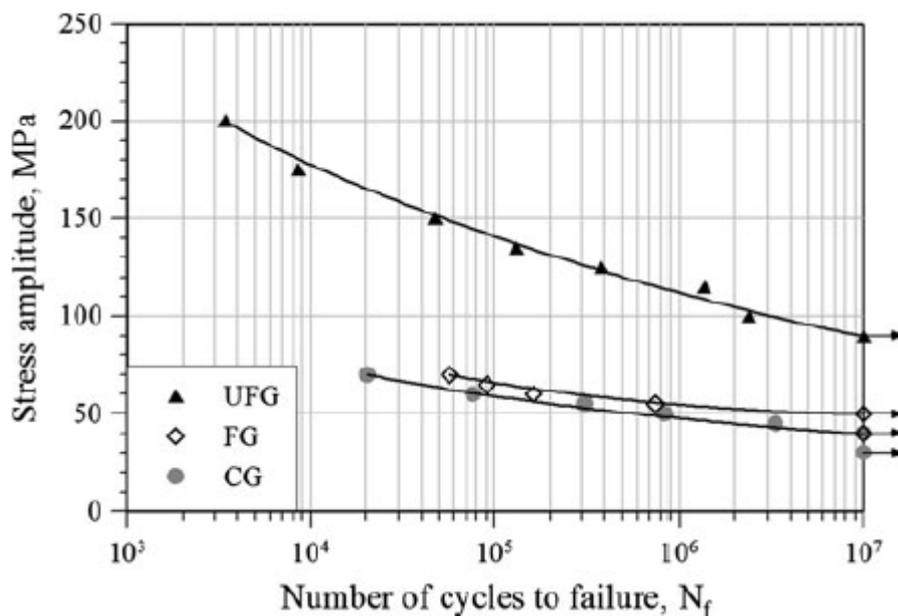


Figure IV. 7. Courbes de Wöhler pour des éprouvettes lisses en Al 1050A testés en flexion rotative ($R = -1$) [122].

ESSAIS EXPERIMENTALS

**Chapitre V : Préparation des échantillons et
techniques expérimentales**

Chapitre V Préparation des échantillons et techniques expérimentales

Dans ce chapitre, nous présentons le matériau étudié (aluminium 1050A) et les différentes techniques expérimentales de préparation et de caractérisation utilisées.

En locurence l'usinage des éprouvettes en aluminium 1050A pour les essais de traction et de fatigue.

Description de la machine utilisé, l'essai de fatigue, l'essai de dureté Vickers et Brinell avec condition et appareillage, l'essai de corrosion, la microscopie optique (MO), et la microscopie électronique à balayage (MEB).

V.1. Etat du matériau de réception

Le matériau utilisé dans ce travail est l'aluminium 1050A commercial pur (99,5%). L'élément de base est l'aluminium d'un réseau cristallin d'atomes d'Al cubique à faces centrées, offre la plus haute résistance à la corrosion par rapport aux autres alliages d'aluminium. L'aluminium 1050A est utilisé dans l'industrie alimentaire, tubes déformables contenant des produits pharmaceutiques, et équipement de l'industrie chimique (pharmaceutique, médical ...). Le tableau V.1 présente la composition chimique de l'aluminium 1050A.

Tableau V. 1. Composition chimique d'Al 1050A (% en poids) (confirmé par l'entreprise des produits industriels métallurgiques PIMA à Alger).

Fe	Si	Mn	Mg	Ti	Zn	V	Al
0.135	0.095	0.055	0.025	0.015	0.013	0.010	Bal

V.2. Préparation des éprouvettes

V.2.1. Prélèvement des éprouvettes pour essais de fatigue

Les échantillons utilisés pour étudier sont prélevées à partir d'une tôle plate en aluminium 1050A (longueur 2m/largueur 1m/épaisseur 1,5mm) qui a été acheter de la société privée des produits métallurgiques PIMA à Alger. L'usinage des éprouvettes de traction et de fatigue a été réalisé par fraisage numérique à entreprise d'usinage mécanique à BATNA. Les éprouvettes de traction utilisées sont de forme haltère de 140 mm de longueur, 10 mm de largeur central élargie aux extrémités d'attache à 30 mm et d'épaisseur moyenne 1,5 mm

selon la norme française A03-401.

Les figures V.1 et V.2 présentent les dimensions, forme réelle de l'échantillon et l'usinage des éprouvettes, respectivement.

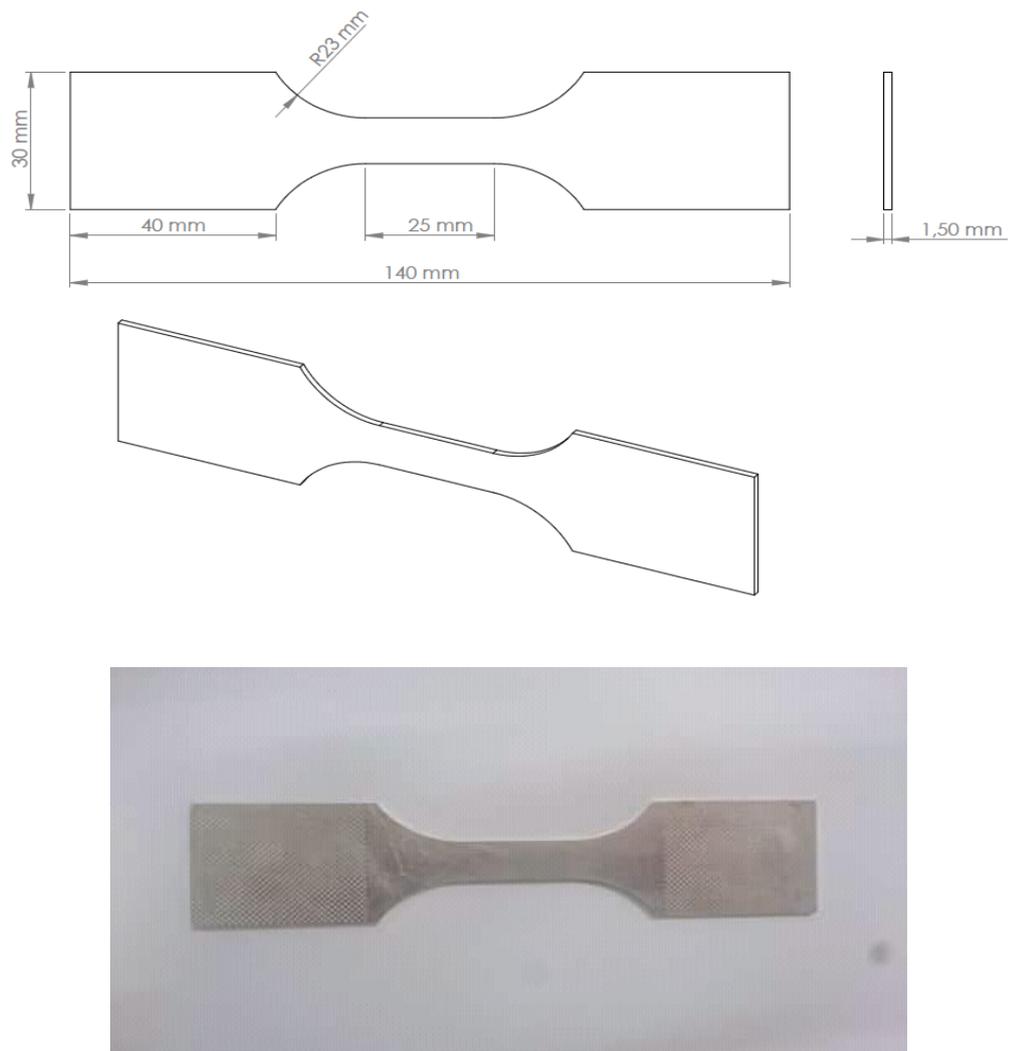


Figure V. 1. Dimensions de l'éprouvette de traction (épaisseur = 1,5 mm) et éprouvette réelle.

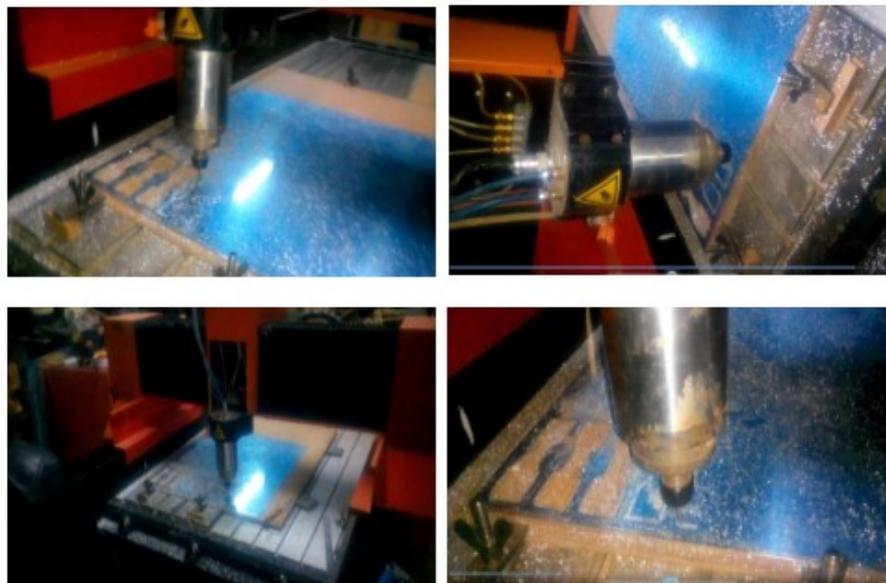


Figure V. 2. Usinage des éprouvettes de fatigue.

V.2.2. Application de la corrosion localisée sur les éprouvettes

Pour étudier l'influence de la densité de piqûres de corrosion sur la durée de vie fatigue d'aluminium 1050A, les surfaces des éprouvettes sont nettoyées par l'éthanol et l'acétone avant l'immersion dans un milieu corrosif. Ensuite, 5 groupes (séries d'échantillons) sont immergés dans une solution aqueuse de 3,5% NaCl (similaire à l'eau de mer) à différents temps d'immersion 8h, 24h, 40h, 56h, et 72h.

V.2.3. Essai de traction

Il s'agit d'un essai qui permet de déterminer des caractéristiques mécaniques fondamentales des matériaux : limite d'élasticité, charge de rupture, allongement de rupture et le module de Young de contrainte uniforme et uni axial de traction et à enregistrer l'allongement résultant en fonction de la charge (diagramme effort-allongement).

V.2.3.1. Détails de la machine de traction

L'essai est réalisé au sein de laboratoire de notre département avec une machine de traction universelle de marque Zwick/ Roell assistée par ordinateur et commandé par un logiciel Test Expert avec les caractéristiques suivantes :

Capacité maximale : 50KN

Chapitre V Préparation des échantillons et techniques expérimentales

Vitesse de déformation de l'essai : 0.0081/s

Température : 25°C

Elle permet de déterminer le module d'Young E (GPa), la limite d'élasticité R_e (MPa), la résistance mécanique R_m (MPa), l'allongement à rupture A (%).



Figure V. 3. Machine de traction de type Z050.

V.2.3.2. Diagramme effort-allongement

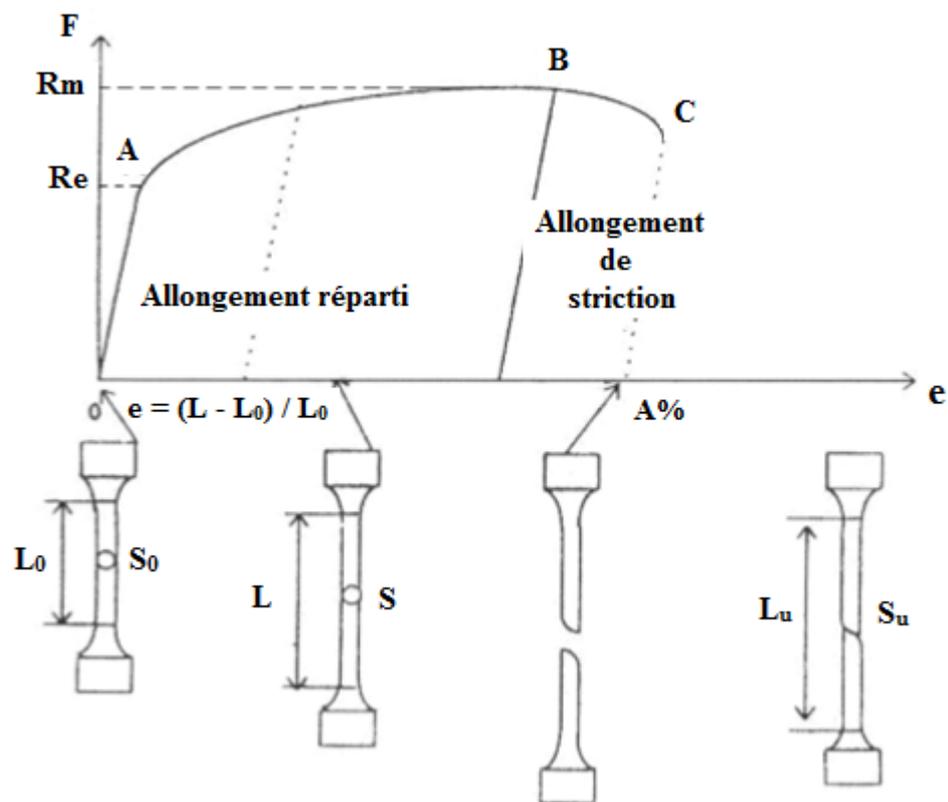


Figure V. 4. Diagramme effort-allongement d'essai de traction.

Ligne OA : elle pratiquement droite

Il y a proportionnelle entre les efforts (F) et les allongements correspondants (ΔL).

Ces allongements sont temporaires, donc les allongements sont élastiques (ils sont uniformément répartis dans la longueur), la limite d'élasticité se situe dans cette région.

Zone AB :

Les allongements ne sont plus proportionnels aux efforts appliqués à l'éprouvette. Les allongements croissent plus vite que les efforts qui les provoquent et ils sont permanents.

L'effort maximal enregistré au cours de l'essai de F_m .

Quelque fois, on trouve une zone entre A et B correspondant à des glissements internes c'est une phase de transition entre les déformations élastiques et les déformations permanentes.

Zone BC :

A partir de cet instant, l'éprouvette s'étrangle, l'allongement se répartit donc sur une section inférieure à celle de l'éprouvette initiale. Il y a striction puis rupture.

V.2.4. Essai de Fatigue

Des essais de fatigue et fatigue-corrosion sont effectués sous sollicitations cycliques symétriques alternés (traction-compression $R=-1$) à plusieurs niveaux d'amplitude de contraintes (40, 45, 50, 55, 60, 65, 70, 75, 80 MPa).

V.2.4.1. La machine de fatigue utilisée

Pour réaliser les essais de fatigue on a utilisé une machine de fatigue de la marque Zwick/Roell assisté par ordinateur et commandé par un logiciel Test Expert et équipé d'un vibrophore Amsler HFP 5100 basé sur le principe d'un résonateur magnétique. Au cours des essais de fatigue, les fréquences peuvent atteindre 300 Hz. Lors de l'essai, la charge est contrôlée par un capteur de force d'une capacité de 5 KN qui permet d'imposer une traction-compression à une fréquence de 78 Hz et un rapport de contrainte $R= -1$. La figure V.5 et V.6 présente une photographie de cette machine et une éprouvette rompue par fatigue.

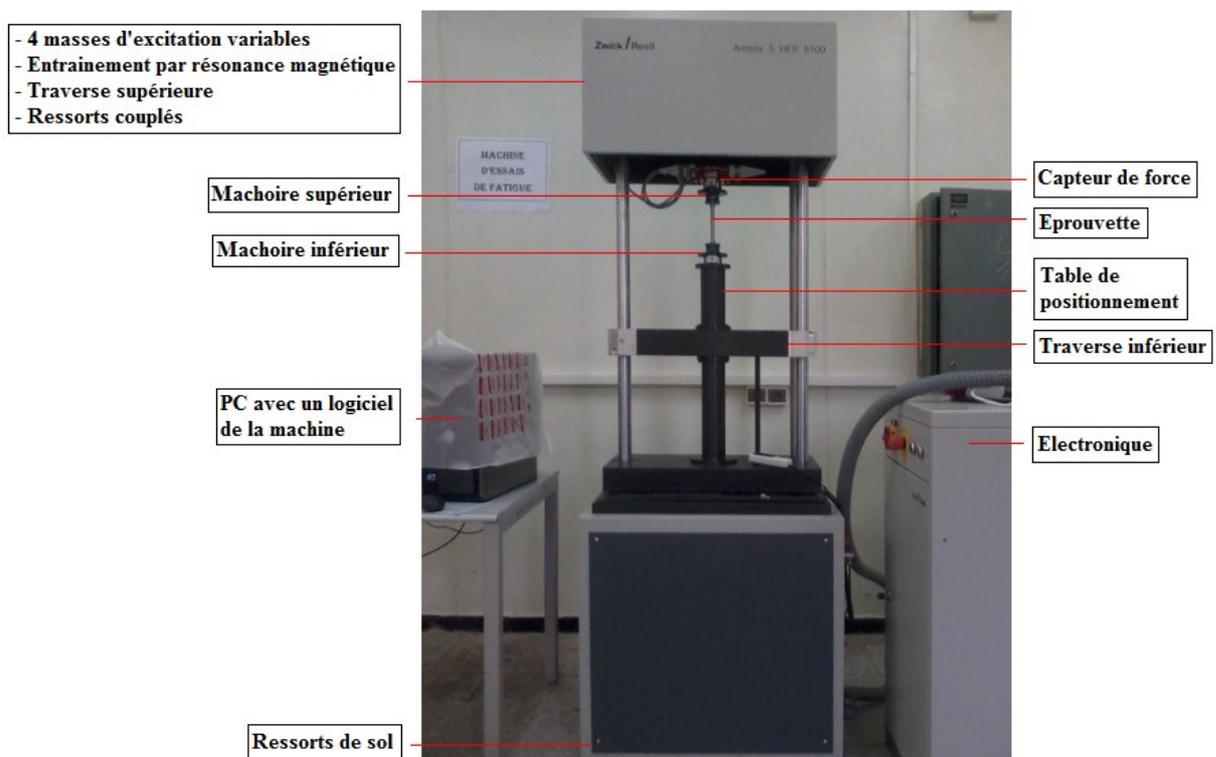


Figure V. 5. Machine de fatigue utilisée.



Figure V. 6. Epreuve de fatigue après rupture.

V.2.4.2. Description de système

Vibrophore

Le vibrophore HFP5100 est conçu comme machine d'essais de résonance à 3 masses qui contient un support de capot, masse m_2 avec 4 masses d'excitation variables, entraînement par résonance magnétique, traverse supérieure, c_2 ressort couplés, c_2 ressort précontraints, asse m_1 traverse oscillante, capteur de force / mâchoire (inférieure et supérieure), table de positionnement, masse m_0 de la machine de socle, traverse inférieure, vis à billes, entraînement par vis à billes, c_0 ressorts de sol, c_1 Epreuve.

Le système d'oscillation à 2 masses est couplé au socle de la machine par l'éprouvette. Le système d'oscillation à 2 masses se compose d'une traverse oscillante et des masses d'excitation raccordées par les 4 ressorts couplés. L'énergie est introduite par un entraînement par résonance magnétique, qui est disposé entre la traverse oscillante et les masses d'excitation. Le capteur de force et la mâchoire supérieure sont de plus fixés à la traverse oscillante. La mâchoire inférieure est directement montée sur la table de positionnement. Celle-ci pourra être facilement démontée pour vérifier les composants. Pour réaliser des essais dans la plage de charge ondulée, l'éprouvette peut être pré-contrainte par un bâti machine à déplacement vertical ainsi que des ressorts pré-contraints. Le bâti machine est déplacé, par actionnement d'une vis à bille sans jeu (par un moteur à courant continu ou servomoteur).

-Système oscillant à 3 masses

Le fonctionnement du HFP 5100 (vibrophore) est basé sur le principe d'un résonateur magnétique. Il s'agit idéalement d'un système oscillant à 3 masses. Il se compose des éléments suivants :

Ressort (c_0 ressorts de sol, c_1 éprouvette et c_2 ressorts couplés)

Masse (m_0 masse de socle, m_1 traverse oscillante et m_2 masse d'excitation)

-Système oscillant à 2 masses

Grâce au rapport de rigidité ressort (et du rapport de masses), le système peut être réduit à un système à 2 masses. Il se composera alors des éléments suivants :

Ressort (c_1 éprouvette et c_2 ressort couplés)

Masse (m_1 traverse oscillante et m_2 masse d'excitation)

-Amplitude de force

Dans ce système oscillant à 2 masses, l'amplitude de force est appliquée via les masses d'excitation variables et ressorts accouplés sur l'éprouvette montée entre la table de positionnement et la traverse oscillante.

-Fréquence de résonance

Le système d'oscillation à 2 masses se compose de 2 fréquences de résonance :

f_{Res1} : m_1 et m_2 oscillent en phase.

f_{Res2} : m_1 et m_2 oscillent en sens opposé ($f_{Res2} > f_{Res1}$).

Les fréquences de résonance dépendent des valeurs c_1 , c_2 , m_1 et m_2 (l'influence d'amortissement demeure non prise en compte). Les ressorts accouplés c_2 et la traverse oscillante m_1 sont définis structurellement. L'éprouvette c_1 est prescrite par la dimension et le matériau. Pour influencer la fréquence d'essai, la masse d'excitation m_2 devra par conséquent être modifiée.

-Fréquence d'essais

- La masse d'excitation m_2 est répartie en 4 masses / poids qui peuvent être additionnées. Les 5 combinaisons suivantes sont possibles :

- Toutes les masses d'excitation désactivées.
- 1 activée.
- 1 + 2 activée.
- 1 + 2 + 3 activée.
- 1 + 2 + 3 + 4 activée.

- Pour une même éprouvette, vous pouvez sélectionner 5 fréquences distinctes.

-Force moyenne

- Cette force est appliquée par un bâti machine mobile et les ressorts pré-contraints sur l'éprouvette montée entre la table de positionnement et la traverse oscillante.

- Le bâti machine est déplacé par actionnement sans jeu (entraînée par un moteur à courant continu ou servomoteur).

- En déplaçant le bâti machine vers le haut, une charge de traction créée et en le déplaçant vers le bas, une charge de compression est créée.

- Les signaux pour la direction de rotation et la vitesse de la vis à billes sont prescrites de telle sorte au contrôle de la puissance moteur par le régulateur que la précharge souhaitée est atteinte et maintenue.

- Pour déplacer rapidement le bâti machine, afin de monter ou de démonter des éprouvettes, un commutateur manuel vous est proposé.

- Lorsque la régulation de la force moyenne est activée, ce commutateur manuel est hors service.

V.2.4.3. Mode opératoire des essais de Fatigue

Les essais de fatigue pour toutes les séries d'éprouvettes ont été effectués à une température ambiante et un nombre de cycles fixé à 10^7 cycles. Avant de commencer l'essai de chargement cyclique, nous devons suivre avec précaution les étapes de montage de l'éprouvette. D'abord, nous plaçons l'éprouvette dans le mors supérieur, il faut faire centrer l'éprouvette par rapport au mors inférieur. Ensuite, nous plaçons l'éprouvette dans le mors inférieur par le déplacement de la traverse inférieur vers le haut à l'aide d'une commande électrique. Il faut fixer premièrement la partie supérieure de l'éprouvette par une clé dynamométrique avec une force de serrage égale à 40 Nm et mettre la force statique à la

Chapitre V Préparation des échantillons et techniques expérimentales

valeur de zéro par le logiciel de la machine Test Expert. Deuxièmement, nous fixons la partie inférieure de l'éprouvette avec la même force. Les éprouvettes lisses ont été cyclées à rupture par différents niveaux de contrainte afin de déterminer la courbe de Wöhler du matériau. Le tableau V.2 résume les conditions opératoires de chaque série.

Tableau V. 2. Conditions des essais de fatigue.

Temps d'immersion (h)	Rapport de contrainte R	Fréquence (Hz)	Contraintes (MPa)
0	-1	78	45, 50, 55, 60, 65, 70, 75 et 80
8			40, 45, 50, 55, 60, 65, 70, et 75
24			45, 50, 55, 60, 65, 70, et 75
40			50, 55, 60, 65, 70, et 75
56			45, 50, 55, 60, 65, 70, et 75
72			40, 45, 50, 55, 60, 65, 70, et 75

V.2.5. Essai de dureté Vickers

L'essai de dureté est réalisé dont le but de déterminer la dureté de matériau étudié, nous avons utilisé un duromètre de type Zwick/Roell ZHU, avec un pénétrateur sous forme de pyramide en diamant (figure V.8), la dureté est caractérisée par l'empreinte faite par un indenteur sous une charge donnée durant dix seconde (figure V.7). Les mesures de dureté sont réalisées sous une charge de 5kgF. La mesure de diagonale de l'empreinte **d** permet d'exprimer la dureté sous la forme suivante :

$$HV = 1,8544 P/d^2 \dots\dots\dots(1)$$

Ou **P** : est la charge exercée sur la pointe de l'indenteur pendant l'essai en KgF

d : diagonale de l'empreinte en mm

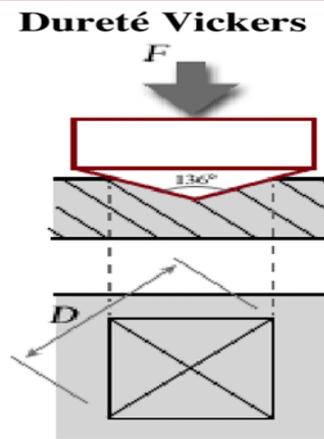


Figure V. 7. Diagonale de l’empreinte.



Figure V. 8. Duromètre Zwick/Roell ZHU.

V.3. Caractérisation microstructurale

V.3.1. Microscopie optique

La micrographie optique permet d’étudier la microstructure d’un métal ou un alliage métallique à différents grossissements. L’étude micrographie nécessite une préparation métallographique de la surface de l’échantillon, qui comprend un polissage et une attaque chimique.

V.3.1.1. Polissage

Le polissage est une étape avant l’attaque chimique pour l’observation micrographique.

Nos échantillons sont polis avec des papiers abrasifs de différentes tailles des grains décroissantes (400, 600, 800, 1000, 1200, 2000) et un papier feutre de finition à l'aide d'une pâte diamantée de granulométrie décroissante (jusqu'à 0.1 μ m).

V.3.1.2. Nettoyages des échantillons

Les échantillons subissent une opération de nettoyage dans le bain à ultrason (figure V.9) avec l'acétone, ensuite ces échantillons sont rincés avec l'eau distillée.



Figure V. 9. Bain à Ultrason.

V.3.1.3. Révélation de la structure

Après le polissage et après l'obtention de la surface miroir on a utilisé attaque chimique pour révéler les joints grains et de différencier les constituants de métal. La méthode la plus répandue consiste à tremper la face à attaquer dans le réactif choisi pendant un temps convenable, dans notre cas nous avons utilisé le réactif suivant (90-100 ml d'eau ; 0.1-10 ml d'acide fluorhydrique).

Pour l'analyse de la microstructure, nous avons eu recours à la microscopie optique qui repose sur la réflexion de la lumière par les échantillons métalliques et l'agrandissement des images effectuées par un jeu de lentilles disposées dans les objectifs et les oculaires. Dans notre travail, nous avons utilisé un microscope optique, type Nikon Eclipse LV 150 doté d'une caméra SD-Fi2 avec un logiciel d'acquisition NIS-Elements D, représenté dans la figure V.10.



Figure V. 10. Microscope optique (Nikon Eclipse LV 150).

V.3.2. Microscopie électronique à balayage (MEB)

V.3.2.1. Principe

Un microscope électronique à balayage est composé d'un canon à électrons et d'une colonne électronique, dont la fonction est de produire une sonde électronique fine sur l'échantillon, d'une platine porte-objet permettant de déplacer l'échantillon dans les trois directions, de détecteurs permettant de capter et d'analyser les rayonnements émis par l'échantillon, l'appareil doit nécessairement être équipé d'un système de pompes à vide. On utilise une pompe à diffusion afin d'effectuer un vide secondaire. Un faisceau d'électrons qui est produit par un canon à électrons est projeté et se déplace sur l'échantillon à analyser. L'interaction entre le faisceau d'électron et le matériau de l'échantillon produit des électrons secondaires avec une basse énergie. Ces derniers sont recueillis par un détecteur qui a pour rôle d'amplifier le signal électrique reçu à chaque point. Les différentes particules sont analysées par différents canaux qui permettent de reconstruire une image en trois dimensions de la surface (figure V.11).

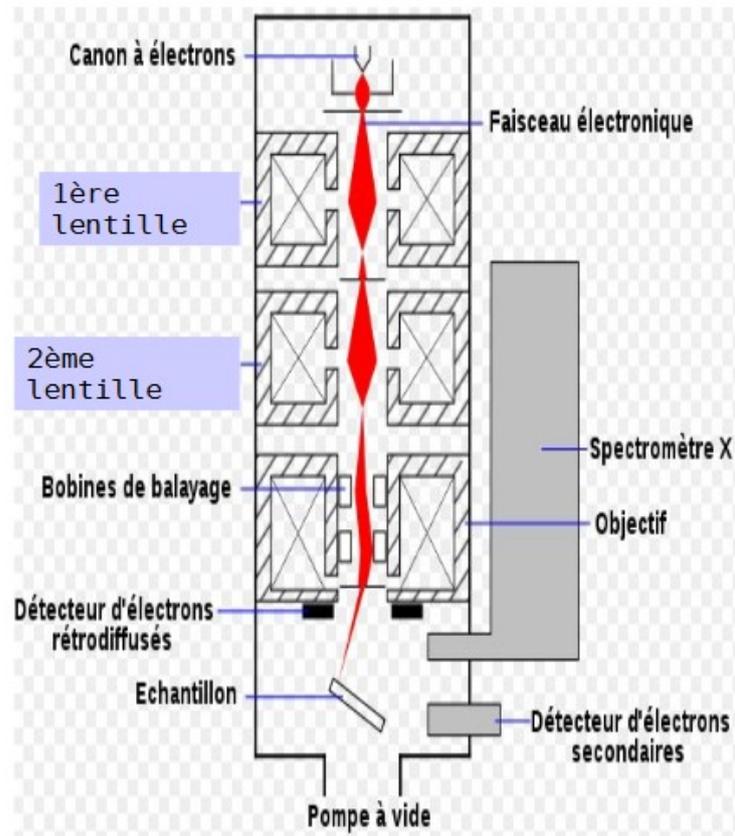


Figure V. 11. Principe de microscope électronique à balayage.

V.3.2.2. Equipement utilisé

Le microscope électronique à balayage utilisé pour la caractérisation des surfaces endommagées après fatigue et fatigue-corrosion est de type ZEISS série EVO MA25 avec un logiciel Smart Browse. Ce microscope est couplé à un système complet de microanalyse par dispersion d'énergie (EDS X) avec un logiciel AZtec (figure V.12).



Figure V. 12. Microscope électronique à balayage avec EDS.

On a observé les faciès de rupture de 3 échantillons sous une amplitude de contrainte égale à 50MPa et un rapport de contrainte $R=-1$ (traction-compression) ; la première est testée en fatigue sans corrosion ; la deuxième et la troisième sont testés après corrosion dans 3,5% NaCl durant 24, 72h successivement.

V.3.3. Technique de mesure de la densité de piqûres au microscope optique

Pratiquement, la densité de piqûres des échantillons se calcule par un logiciel d'analyse d'images (image J). Mais pour cette série expérimentale, cela n'a pas été possible à cause de l'état de surface des échantillons après attaque. En fait, un phénomène de coalescence de piqûres a été observé rendant l'analyse d'images très délicate. Il existe plusieurs méthodes d'estimation de la densité de piqûre. La première méthode estime cette densité en appliquant un masque (voir figure V.13) de cinq carrés de 1 cm^2 dans lesquels le nombre de piqûres a été déterminé.

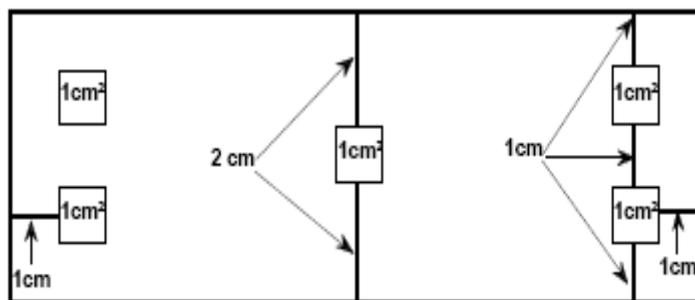


Figure V. 13. Schéma du masque à cinq carrés de 1 cm².

Il s'agit de calculer les densités sur chaque bande en fonction de sa position. On peut considérer que la densité est estimée à partir de cinq réalisations qui sont le nombre de piqûres calculé sur chacun des cinq carrés. La seconde méthode la plus facile mais assez aléatoire consiste à prendre une plage initiale de surface observée de section S_0 (figure V.14) et de découper cette plage en plusieurs sections entourant les piqûres S_i (figure V.15).

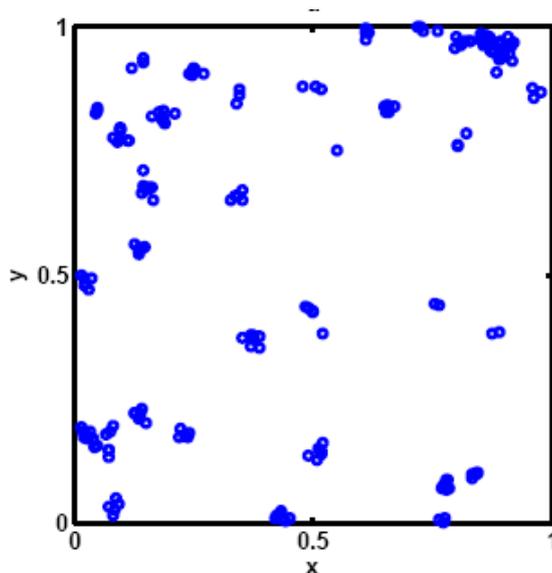


Figure V. 14. Schéma de la section initiale de la plage choisie (cercle ou carrée).

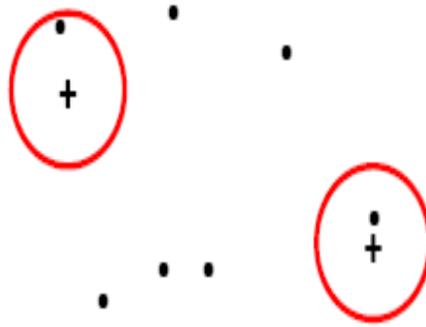


Figure V. 15. Schéma de la section sur piqûres (cercle ou carrée).

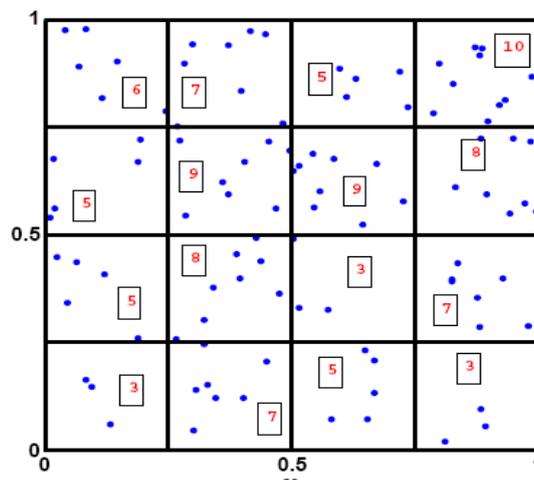


Figure V. 16. Différents schémas des plages choisies initialement selon la répartition des piqûres.

V.4. Méthodes de détermination de la limite d'endurance

Grâce à plusieurs essais de fatigue sur éprouvettes on distingue différentes méthodes statistiques pour estimer la limite d'endurance :

V.4.1. Méthode de l'escalier

Le choix de cette méthode nous permet d'utiliser un petit nombre d'éprouvettes, d'autre part les niveaux sont effectués automatiquement [123].

V.4.1.1. Conduite des essais

D'abord, on définit l'écart type (s) qui est le pas de déplacement entre les niveaux de contrainte avec la fixation du nombre maximal de cycles (N). Les éprouvettes sont testées successivement de la manière suivante : On fait le premier essai à un niveau près de la limite d'endurance ; le deuxième essai est effectué au niveau inférieur si l'éprouvette est rompue ; en passant au niveau supérieur si elle n'est rompue.

Il faut tester toutes les éprouvettes avec cette technique selon la règle suivante donnée par la formule :

$$\sigma_{i+1} = \sigma_i \pm d \dots \dots \dots (2)$$

Avec d espacement des niveaux de contrainte, $+d$ si l'éprouvette i est non rompue et $-d$ si l'éprouvette i est rompue.

V.4.1.2. Exploitation des résultats

On détermine le type d'événement, rupture ou non-rupture, qui s'est produit le moins fréquemment. Soit n_i le nombre d'événements le moins fréquent à chaque niveau d'essai. On numérote les niveaux d'essais en attribuant la valeur $i = 0$ au plus faible de ceux auxquels l'événement a été remarqué au moins une fois, i désignant le niveau d'essai.

L'estimation de la médiane σ_D est donnée par :

$$\sigma_D = S_0 + d (A/N \pm 1/2) \dots \dots \dots (3)$$

(+ si le calcul est basé sur les essais à non-rupture, - s'il est basé sur les essais à rupture)

Et l'estimation de l'écart type s est donné par la relation (3) :

$$s = 1,62 d [(NB-A^2)/N^2 + 0,029] \dots \dots \dots (4)$$

Avec S_0 le plus faible niveau utilisé avec l'événement le moins fréquent,

d l'espacement des niveaux,

$$N = \sum n_i,$$

$$A = \sum i n_i,$$

$$B = \sum i^2 n_i.$$

Selon les auteurs, Dixon et Mood [123], l'estimation de (s) n'est valide que si $[(NB-A^2)/N^2] > 0,3$.

Chapitre V Préparation des échantillons et techniques expérimentales

On utilise cette méthode pour estimer la résistance à la fatigue (σ_D), comme il est présenté dans la figure V.17 et du tableau V.3 si $1/2 < d/s < 2$.

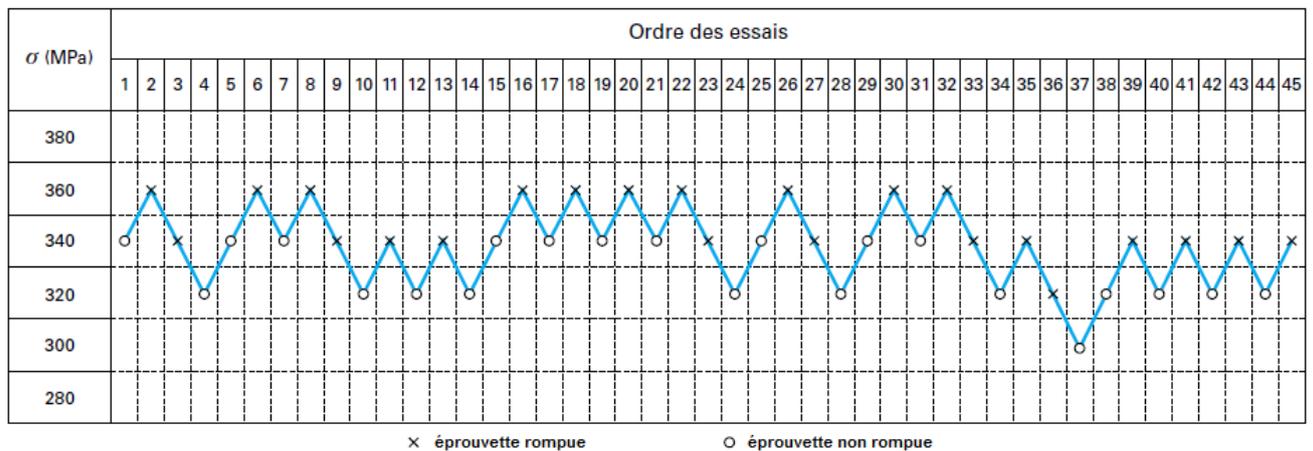


Figure V. 17. Essais en flexion rotative 12 000 cycles/min pour un acier 25 CD 4 ($R_m = 650$ MPa) [74].

Tableau V. 3. Méthode de l'escalier appliquée à un acier 25 CD 4.

Contrainte (Mpa)	Calcul avec les 15 premières éprouvettes (8 non rompues ; 7 rompues)				Calcul avec 45 éprouvettes (22 non rompues ; 23 rompues)			
	i	n_i	$i \cdot n_i$	$i^2 \cdot n_i$	i	n_i	$i \cdot n_i$	$i^2 \cdot n_i$
360	1	3	3	3	3	0	0	0
340	0	4	0	0	2	10	20	40
320	1	11	11	11
300	0	1	0	0
		$N = 7$	$A = 3$	$B = 3$		$N = 22$	$A = 31$	$B = 51$
Limite de fatigue	$S_0 = 340$ MPa ; $d = 20$ MPa $\sigma_D = 339$ MPa				$S_0 = 300$ MPa ; $d = 20$ MPa $\sigma_D = 338$ MPa			
Écart type de la zone d'endurance	$\frac{NB - A^2}{N^2} = 0,24 < 0,3$ s : calcul impossible				$\frac{NB - A^2}{N^2} = 0,33$ $s = 12$ MPa			
Limite de fatigue calculée en fonction du nombre d'éprouvettes	Nombre d'éprouvettes				σ_D (en MPa)			
	9				345			
	15				339			
	21				342			
	29				341			
	35				342			
45				338				

V.4.2. Méthode des probits

Cette méthode [124] est basée sur le résultat graphique, on choisit quatre ou cinq niveaux de contrainte, et l'espacement entre ces derniers doit être fixé ; sachant que le total

d'éprouvettes testés n à chaque niveau est le même avec un nombre de cycles N fixé, 10^7 par exemple.

V.4.2.1. Conduite des essais

Pour éviter des résultats inutilisables, le premier niveau d'essai doit être plus voisin de σ_D comme la méthode d'escalier. Si la fréquence de rupture $f = k/n$ (k éprouvette rompues, n éprouvette testées) est $f < 0,5$, on passe à un deuxième niveau plus élevé et, si $f > 0,5$, un deuxième niveau plus bas. Si le deuxième niveau d'essais donne une fréquence de rupture près de $0,5$, il faut suivre la progression dans le même sens pour le choix du troisième niveau. Si les deux premières fréquences se situent de part et d'autre de $0,5$, on choisit le troisième niveau à l'opposé de celui qui a donné la fréquence de rupture la plus éloignée de $0,5$. Lorsque l'on dispose des résultats de trois niveaux, le choix du quatrième et du cinquième devient évident.

V.4.2.2. Exploitation des résultats

La droite de Henry est présentée par la variation de la probabilité de rupture pour N cycles (basé à une loi de Galton), en fonction de l'amplitude de contrainte (figure V.18 et tableau V.4). La contrainte correspondant à la probabilité $0,5$ est relevée graphiquement de cette droite. L'écart type (s) est égale à la différence entre les contraintes qui correspondent aux probabilités de rupture $0,16$ et $0,84$ divisé par 2 . $P_{0,84} - p_{0,16} = 2s$

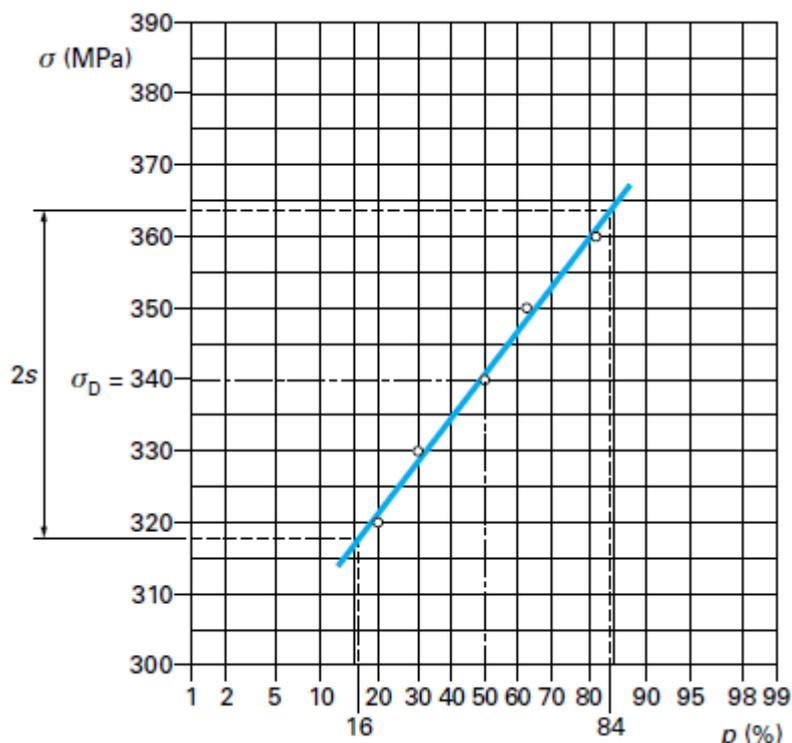


Figure V. 18. Essais en flexion rotative 12 000 cycles/min pour un acier XC 60 ($R_m = 650$ MPa) [74].

Tableau V. 4. Méthode des probits appliquée à un acier XC 60.

Contrainte (MPa)	Nombre d'éprouvettes		Probabilité de rupture (%)
	Essayées	Rompues à 17×10^6 cycles	
320	50	10	20
330	50	15	30
340	50	26	52
350	50	32	64
360	50	41	82

Par résolution graphique (figure V.18) :

$$\sigma_D = 340 \text{ MPa}$$

$$s = 23 \text{ MPa}$$

D'un point de vue économique, on utilise cette méthode particulièrement dans les études fondamentales parce qu'elle est longue et coûteuse (plus de 80 éprouvettes, de préférence 150 à 200).

V.4.3. Méthode d'itération

L'emploi de cette méthode est moins délicat par suite de l'effet du choix du premier niveau malgré qu'elle est utilisable avec le plus petit nombre d'éprouvettes. Pratiquement, on utilise neuf ou dix éprouvettes, mais on peut l'appliquer dès quatre ou six éprouvettes. Sachant que, elle est une application au cas particulier dans une méthode imaginée par Robbins et Monro [125].

V.4.3.1. Conduite des essais

On fixe le nombre maximal de cycles N , le premier niveau S_1 doit être plus près de la limite d'endurance parce que son choix est important. Le deuxième niveau S_2 est déterminé par l'équation :

$$S_2 = S_1 + 2,5 s (0,5 - f_1) \dots \dots \dots (5)$$

Avec s écart type de la zone d'endurance, déterminée par les relations suivantes :

- En flexion rotative sur aciers, par $s = 0,045 R_m - 12,3$ (Lieurade) ;
- Ou, plus généralement, par $s = 0,02 R_m$.

$0,5$ probabilité de rupture pour la limite de fatigue σ_D .

f_1 : fréquence de la rupture sous S_1 .

De façon plus générale :

$$S_{i+1} = S_i + A/i s (p - f_i) \text{ qui converge vers } S(p)$$

Avec A constante,

P : probabilité de rupture choisie qui peut être différente de $0,5$.

Pour $p = 0,5$, $A = \sqrt{2\pi} \approx 2,5$ La formule habituellement utilisée est alors :

$$S_{i+1} = S_i + 2,5 s/i (0,5 - f_i) \text{ qui converge vers } S(0,5) = \sigma_D.$$

V.4.3.2. Exploitation des résultats

La limite d'endurance est déterminée sans calcul parce que la séquence des amplitudes de contraintes appliquées S_i tend vers σ_D (figure V.19 et tableau V.5).

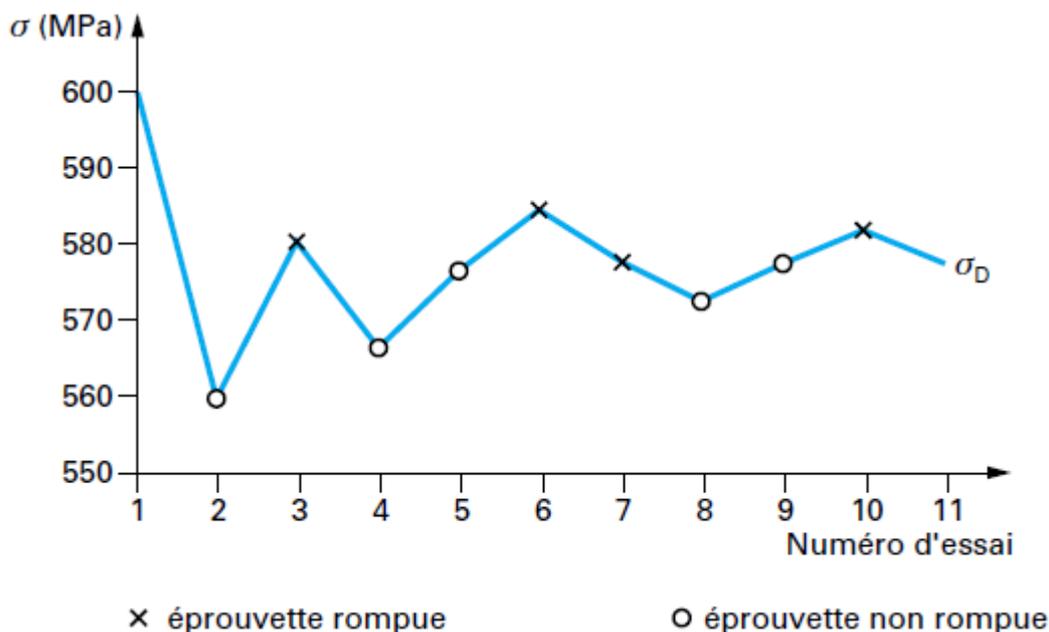


Figure V. 19. Essais en flexion rotative 12 000 cycles/min pour un acier 35 CD 4 ($R_m = 990$ MPa) [74].

Tableau V. 5. Méthode d’itération appliquée à un acier 35 CD 4.

Essai n° i	Contrainte d’essai S_i (MPa)	Résultat de l’essai		Correction	$S_{i+1} = S_i + \frac{80(0,5 - f_i)}{i}$ (MPa)
				$\frac{80(0,5 - f_i)}{i}$ (MPa)	
1	600	R	1	-40	560
2	560	NR	0	+20	580
3	580	R	1	-13,3	566,7
4	566,7	NR	0	+10	576,7
5	576,7	NR	0	+8	584,7
6	584,7	R	1	-6,7	578
7	578	R	1	-5,7	572,3
8	572,3	NR	0	+5	577,3
9	577,3	NR	0	+4,4	581,7
10	581,7	R	1	-4	577,7

V.4.3.3. Estimation de la résistance à la fatigue

Pour calculer la limite d’endurance, plusieurs auteurs ont cherché à l’estimer à travers des caractéristiques en traction du matériau [(limite d’élasticité R_e (MPa), résistance à la traction R_m (MPa) et allongement A (%)].

Citons, pour les aciers :

$$\left. \begin{aligned} \sigma_D &= (0,50 \pm 0,10) R_m \\ \sigma_D &= (0,65 \pm 0,20) R_e \end{aligned} \right\} \text{ (Mailander).....(6)}$$

$$\sigma_D = 0,40 R_e + 0,25 R_m \quad \text{(Rogers).....(7)}$$

$$\left. \begin{aligned} \sigma_D &= 0,50 R_m \\ \sigma_D &= 150 + 0,43 R_e \end{aligned} \right\} \text{ (Heywood).....(8)}$$

$$\sigma_D = 0,32 R_m + 121 \quad \text{(Brand).....(9)}$$

(Cette dernière formule a été obtenue à partir de 489 résultats de limite de fatigue en flexion rotative pour 10^7 cycles et pour des aciers de résistance à la traction entre 3000 et 2000 MPa) ;

$$\left. \begin{aligned} \sigma_D &= 0,37 R_m + 77 \\ \sigma_D &= 0,41 R_m + 2A \end{aligned} \right\} \text{ (Lieurade).....(10)}$$

(En flexion rotative à 10^7 cycles et pour des aciers de résistance à la traction entre 300 et 2200 MPa).

La valeur de l'écart type s de la zone d'endurance peut être évaluée :

- En flexion rotative sur aciers, par $s = 0,045 R_m - 12,3$ (Lieurade) ;
- Ou, plus généralement, par $s = 0,02 R_m$.

Pour les alliages d'aluminium, on peut citer, pour la limite de fatigue à 10^8 cycles (σ_{D8}) :

- Alliages d'aluminium corroyés $0,40 R_m \leq \sigma_{D8} \leq 0,50 R_m$(11)
- Alliages d'aluminium corroyés à durcissement structural $0,25 R_m \leq \sigma_{D8} \leq 0,30 R_m$(12)
- Alliages d'aluminium de moulage $0,30 R_m \leq \sigma_{D8} \leq 0,45 R_m$(13)

Et s est de l'ordre de 5 à 10 MPa.

V.4.4. Méthode de K éprouvettes non rompues

Elle est basée sur la recherche d'un niveau auquel K essais donnent K non-ruptures, par des contraintes successifs $S_1, S_2 \dots$ décroissant progressivement.

V.4.4.1. Conduite des essais

On fixe un nombre maximal de cycle N , le premier niveau S_1 doit être supérieur à la limite d'endurance, on choisit le niveau d'essai à l'aide de la règle suivante. Le dernier essai qui a été fait au niveau S_i correspond à un nombre d'essais n_i :

Si le dernier essai n_i a donné une éprouvette rompue, l'essai suivant sera effectué au niveau de contrainte inférieur S_{i+1} ;

Par contre, si les n_i essais ont donnés des éprouvettes non rompues, l'essai suivant sera effectué au même niveau S_i jusqu'à $n_i = K$ (figure V.20). La méthode des trois éprouvettes s'articule sur les calculs statistiques pour $K = 3$, et pour un espacement d des niveaux de contrainte égal à un écart type s , il faut en moyenne huit éprouvettes.

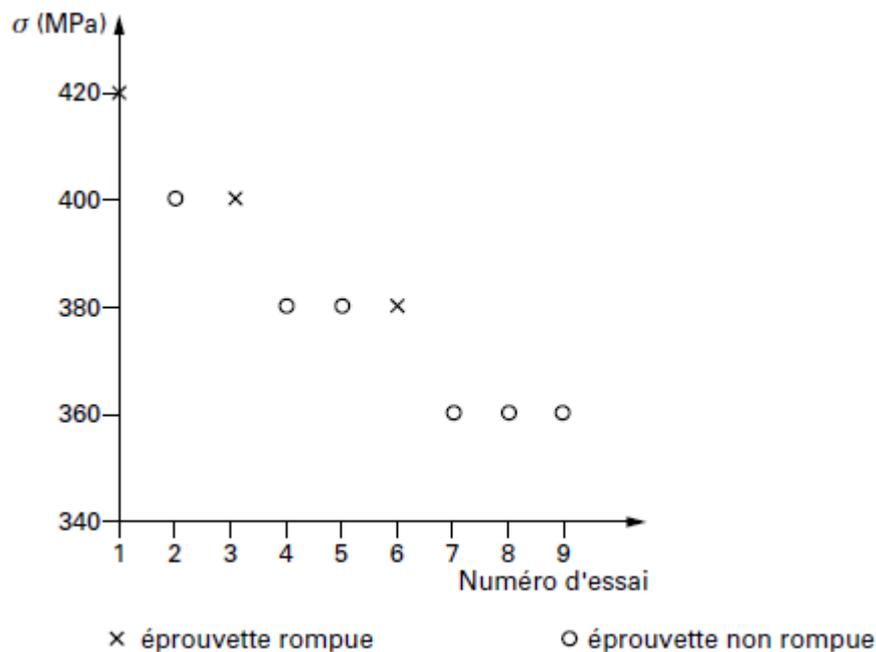


Figure V. 20. Essais sur joints soudés de tôle en acier E 36 [126].

Dans notre étude on a choisi la méthode d'escalier parce qu'elle permet d'estimer avec précision l'écart type [74].

**Chapitre VI : Résultats expérimentaux et
discussions**

Le chapitre VI regroupe les résultats expérimentaux obtenus avec différents méthodes et techniques de caractérisation.

Une partie des résultats concerne la dureté Vickers, les propriétés mécaniques de notre matériau obtenus par l'essai de traction, les courbes de Wöhler obtenus à partir les essais de fatigue et fatigue-corrosion pour différents niveaux d'amplitude de contrainte sous chargement de traction-compression et une comparaison entre les valeurs de la pente K, dispersion de contrainte et de nombre de cycles, limite d'endurance pour toutes ces essais.

L'autre partie des résultats est consacré à l'analyse microstructurale d'aluminium 1050A non-corrodé et corrodé pendant 8, 24, 40, 56, et 72h dans une solution aqueuse de 3.5% NaCl par la microscopie optique (MO). Cette analyse est faite pour identifier la densité des piqûres de corrosion, et son effet sur la durée de vie en fatigue d'aluminium 1050A. Donc, la densité, la profondeur des piqûres ont été mesurés et l'évolution en fonction du temps d'immersion a été étudié.

Ces résultats concernent aussi l'analyse des faciès de rupture des échantillons sains et corrodés pendant 24, et 72h par la microscopie électronique à balayage (MEB). Cette analyse est faite pour voir l'initiation et la progression de la fissure pendant l'essai de fatigue et de fatigue-corrosion.

VI.1. Analyse structurale d'Aluminium 1050A à l'état de livraison

La structure de l'aluminium a été révélée par une attaque chimique dite de Flick (190 ml d'eau, 5 ml d'acide nitrique, 10 ml d'acide chlorhydrique, 2 ml d'acide fluorhydrique). L'observation au microscope optique métallographique avec un grossissement (G 200X) figure VI.1, a permis de constater que de l'aluminium pure (1050 A) à l'état de livraison, présente une structure fine, mais hétérogène avec présence de micro-défauts ou inclusions aux joints des grains.

La disposition des grains en bandes parallèles montre que le matériau en question présente une structure recristallisée par suite d'un écrouissage par laminage à froid (probablement).

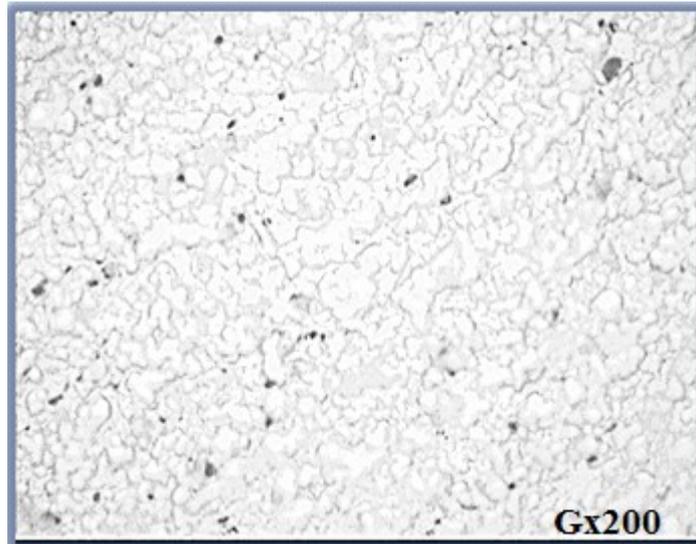


Figure VI. 1. Microstructure de l'aluminium pur type 1050A à l'état de livraison, (réactif de Flick) (Gx200).

VI.2. Caractérisation mécanique (Dureté et Traction)

VI.2.1. Propriétés de résistance à la traction

- Essai de mesure de résistance par traction

L'essai de traction de l'aluminium pur 1050A est effectué avec une machine de traction de la marque Zwick/ Roell dotée du logiciel test expert, de la capacité est de 50KN et vitesse de déformation de l'essai : $0,008 \frac{1}{s}$, au niveau dans notre laboratoire des essais mécaniques.

- Eprouvette d'essai de traction

Les éprouvettes de traction directe utilisées sont de forme plate de 140 mm de longueur, 10 mm de largeur central élargie aux extrémités d'attache à 30 mm et d'épaisseur moyenne 1.5 mm selon la norme française A03-401. Les résultats des essais de traction appliqués à l'aluminium 1050A sont traduits par de tracé de la courbe de traction présentée dans la figure VI.2.

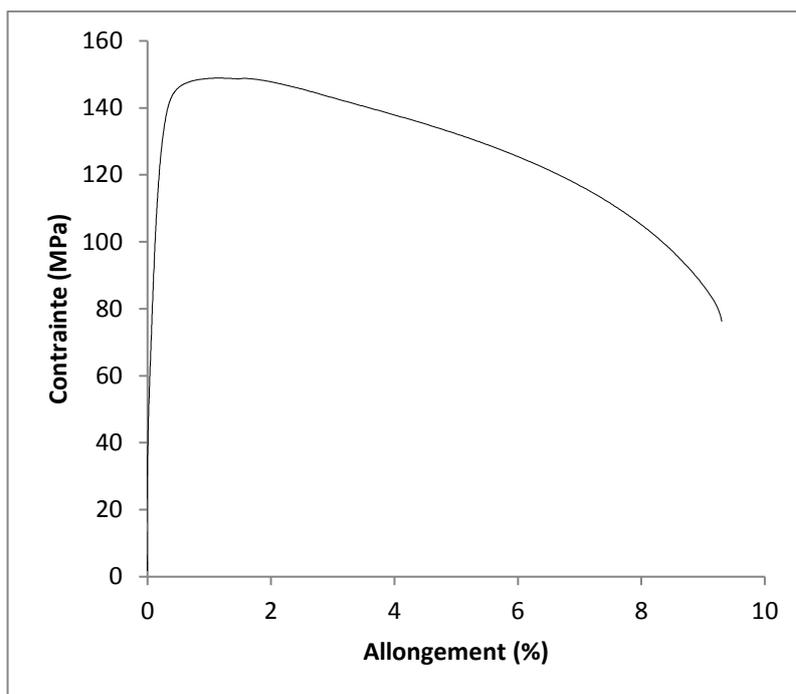


Figure VI. 2. Courbe de traction de l'aluminium de l'aluminium 1050A.

La courbe de traction montre des valeurs élevées de la limite élastique et la résistance à la traction. Selon ces résultats, on peut déduire que le matériau étudié est livré probablement à l'état écroui ou pas totalement recristallisé.

- Analyse de la courbe de traction enregistrée

L'analyse de la courbe de traction enregistrée a permis de déterminer certaines caractéristiques mécaniques du matériau comme la limite élastique (R_e), la limite à la rupture (R_m) et l'allongement (A). Les principales propriétés mécaniques de notre matériau sont rappelées dans le tableau VI.1.

Tableau VI. 1. Caractéristiques mécaniques de l'aluminium 1050 A obtenues par expérience.

Désignation	Module de Young (GPa)	Limite Elastique (MPa)	Résistance à la traction (MPa)	Allongement (%)	Densité (g/cm^3)	Dureté Vickers (HV)
1050A	62	142	149	9,4	2,71	35
1050A(Réf)	/	158	163	11,6	2,71	49

À partir des valeurs indiquées dans le tableau, on remarque que les valeurs de notre matériau (1050A) sont inférieures par rapport aux valeurs du matériau (1050A Réf) qui correspondent aux grains ultra fins.

VI.2.2. Propriétés de dureté

Par ailleurs, dans cet état, le matériau a une dureté d'une valeur moyenne de $HV = 35$ qui est inférieure par rapport à la valeur de l'aluminium 1050A(Réf) qui égale à $HV = 49$.

VI.3. Analyse des piqûres

VI.3.1. Mesure de la densité des piqûres

La micrographie optique est utilisée pour voir les piqûres de corrosion pour les différents temps d'immersion. Les piqûres de corrosion d'aluminium 1050A corrodé avec différents temps d'immersion dans 3,5% NaCl sont présentées dans (Figures VI.3, VI.4, VI.5, VI.6, et VI.7). On a mesuré la densité des piqûres de corrosion sur cinq échantillons immergés dans une solution à 3,5% NaCl (similaire à l'eau de mer) durant 8h, 24h, 40h, 56h, 72h.

La densité des piqûres est calculée par la différence de la somme des surfaces de carrés ou de cercles de piqûres par rapport à la section initiale de la plage observée.

$$\text{La densité des piqûres} = \frac{\sum N_{\text{piq}}}{\sum S_i}$$

N_{piq} : nombre de piqûres.

S_i : section initiale de la plage observée.

La diminution des surfaces de carrées est nécessaire lorsque le nombre de piqûres est faible pour faciliter la détermination de la densité c'est pour cela l'échelle $100 \times 100 \mu\text{m}$ est choisie pour les échantillons corrodés durant 8h, 24h, 40h, 56h et 72h. On a obtenu les résultats suivants :

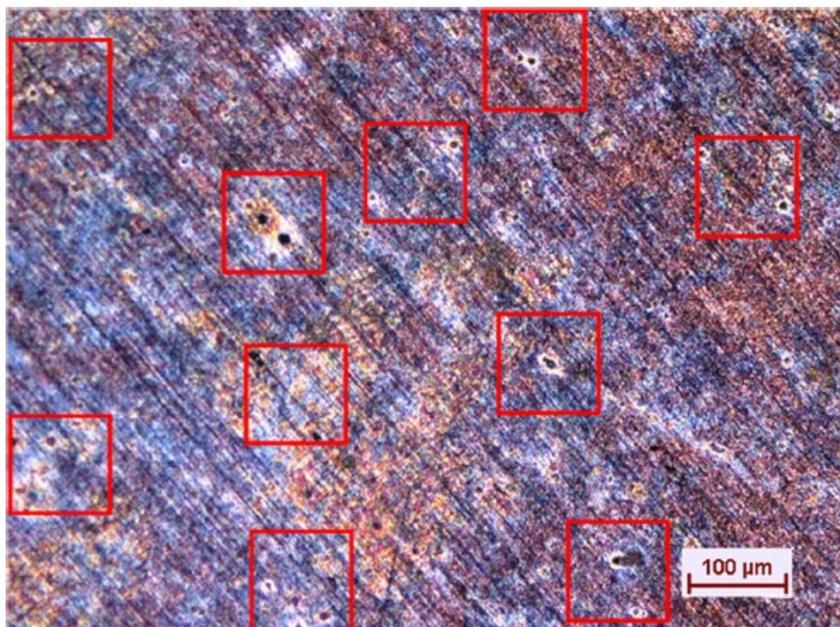


Figure VI. 3. Puits de corrosion après 8h d'immersion avec une densité de 290 piqûres / mm^2 dans 3.5% NaCl.

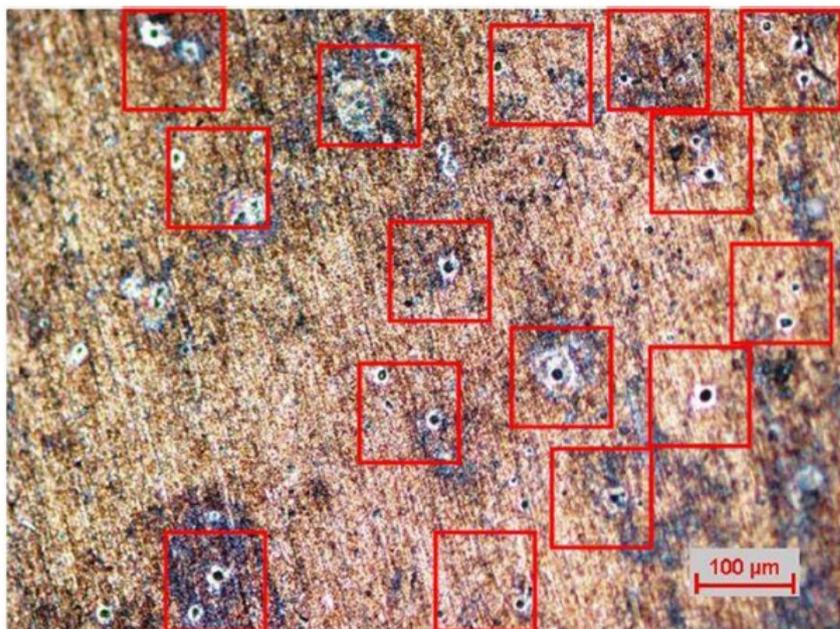


Figure VI. 4. Puits de corrosion après 24h d'immersion avec une densité de 300 piqûres / mm^2 dans 3.5% NaCl.

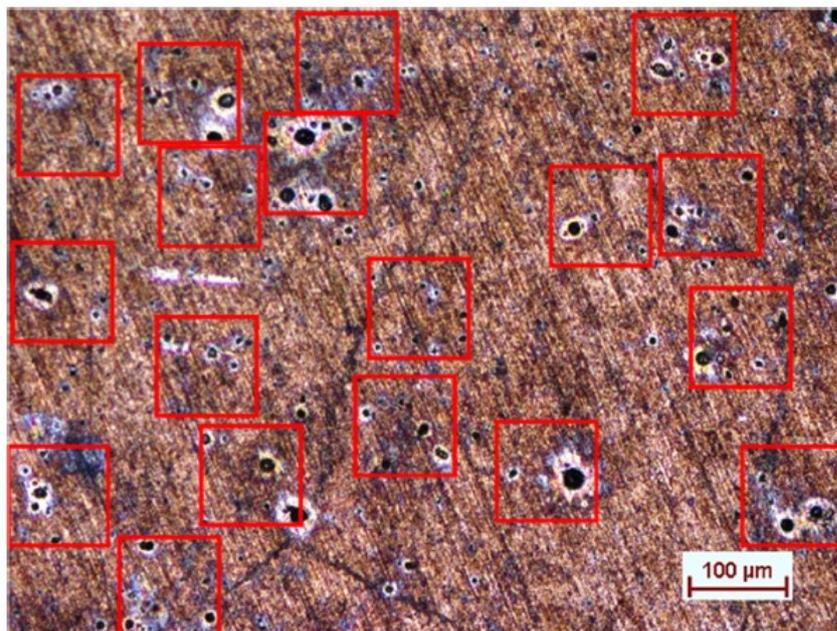


Figure VI. 5. Puits de corrosion après 40h d'immersion avec une densité de 583 piqûres / mm^2 dans 3.5% NaCl.



Figure VI. 6. Puits de corrosion après 56h d'immersion avec une densité de 622 piqûres / mm^2 dans 3.5% NaCl.

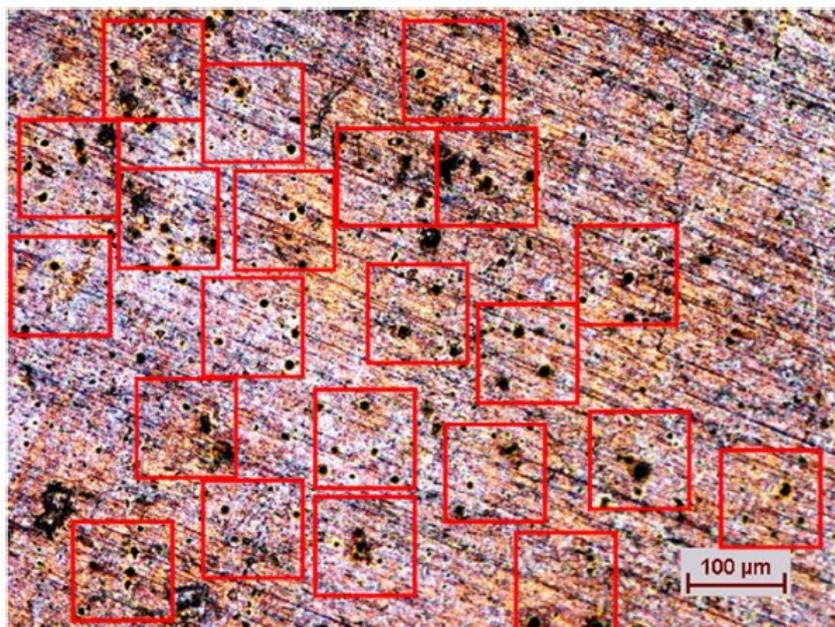


Figure VI. 7. Puits de corrosion après 72h d'immersion avec une densité de 1068 piqûres / mm² dans 3.5% NaCl.

Les figures mentionnées ci-dessus, montrent les piqûres de corrosion obtenues après immersion de 8h et 24h, qui correspondent respectivement à des densités de 290 piqûres / mm² et 300 piqûres / mm², les piqûres apparaissent sous forme hémisphérique avec une petite taille. Alors que la figure VI.5 montre les piqûres de corrosion obtenues après 40 h immersion avec une densité de 583 piqûres / mm². En ce moment, la forme des piqûres se transforme en quasi-conique avec une grande taille. Les figures mentionnées ci-dessus, montrent les piqûres de corrosion obtenues après immersion de 56h et 72h, qui correspondent respectivement à des densités de 622 piqûres / mm² et 1068 piqûres / mm², les piqûres reviennent à la première forme hémisphérique avec une plus petite taille par rapport à 8 et 24 h. On voit que l'augmentation de la densité de piqûre de corrosion a une relation avec l'augmentation de temps d'immersion. Lorsque le temps d'immersion augmente, la densité des piqûres de corrosion augmente également comme indiqué dans le tableau VI.2. Quand nous relient la forme et la taille des piqûres avec les résultats de la limite d'endurance, il est conclu que la valeur la plus élevée de limite d'endurance est trouvée avec la grande taille (40 h). Il est clair qu'il y a une augmentation de densité des piqûres de corrosion environ plus de trois fois à partir de 24 h immersion jusqu'à 72 h d'immersion (tableau VI.2). La corrosion par piqûres d'aluminium pur (1050-F) après 7 jours d'immersion est étudiée. Ils ont remarqué que les

piqûres semblent hémisphériques et plus grandes que les cavités. Les effets optiques provoqués par les produits de corrosion peuvent être attribués à la région sombre entourant les piqûres. La densité des piqûres est égale à 690 ± 139 piqûres/ mm^2 (entre 551 et 829 piqûres/ mm^2) [102]. Ce résultat est presque similaire à notre résultat obtenu après 40 et 56h d'immersion. La figure VI.8 présente l'évolution de la densité des piqûres en fonction du temps d'immersion.

Tableau VI. 2. Densité des piqûres de corrosion.

Temps d'immersion (h)	0	8	24	40	56	72
Densité des piqûres (piqûres / mm^2)	0	290	300	583	622	1068

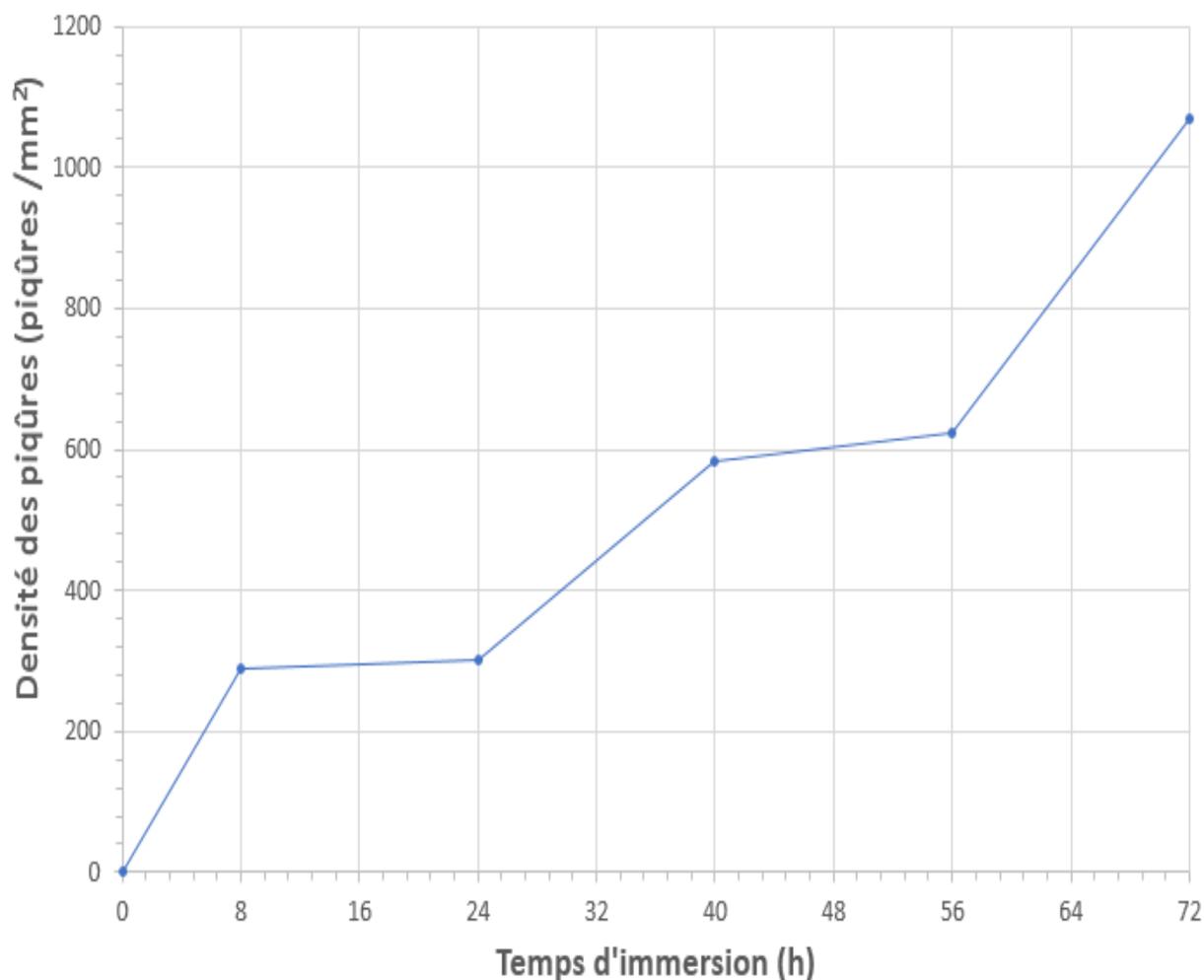


Figure VI. 8. Evolution de la densité des piqûres en fonction du temps d'immersion.

VI.3.2. Mesure de la profondeur de piquête

La profondeur des piquetes a été mesurée avec un microscope optique de la marque Nikon avec un logiciel d'acquisition NIS-Elements D, à consignation numérique doté d'un système à différents agrandissements au niveau de l'unité de recherche URASM (usine el hadjar).

On a mesuré la profondeur des piquetes de deux échantillons corrodés par immersion dans la solution à 3,5% NaCl avec des durées de 24 h et 72 h. Les prélèvements des données de mesure sont indiqués sur les micrographies de la figure VI.9.

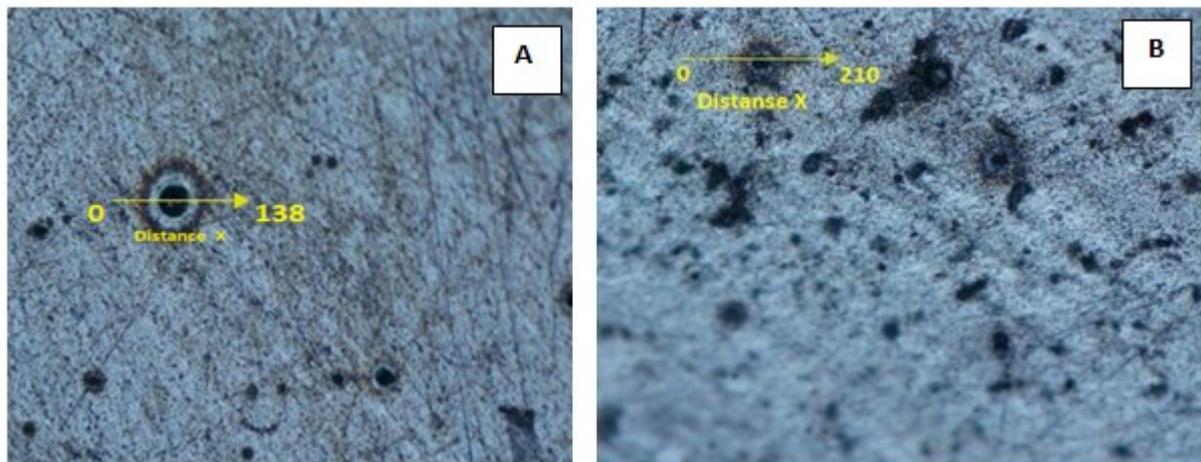


Figure VI. 9. Piquêtes de corrosion des échantillons d'aluminium développées après 24h (A) et 72h (B).

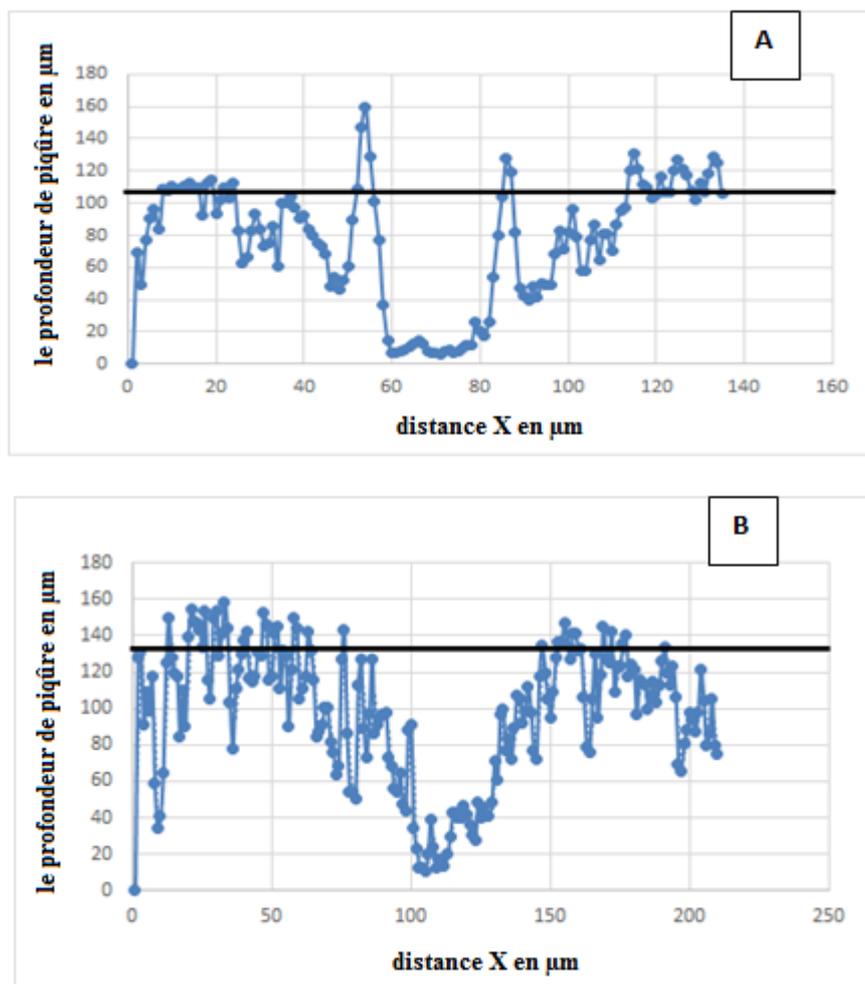


Figure VI. 10. Variation de profondeur de pénétration de la piqûre dans les échantillons corrodés à 24h (A) et 72h (B).

Les profondeurs des piqûres mesurées sur deux échantillons corrodés respectivement pendant 24h et 72h, se distinguent par une nette différence entre les unes des autres.

D'où, la profondeur moyenne des piqûres développées dans l'échantillon corrodé durant 72h, a atteint la valeur de 130 μm . Elle est plus grande que la profondeur moyenne de des piqûres développée dans l'échantillon corrodé durant 24h, et qui a atteint seulement la valeur de 105 μm . Donc, lorsqu'on augmente le temps d'immersion de l'échantillon d'aluminium dans une solution à 3,5% NaCl (similaire à l'eau de mer), de 24 h à 72 h, alors la profondeur des piqûres augmente aussi de 105 à 130 μm . De ce fait, on est amené à admettre qu'il y a une relation proportionnelle entre la profondeur des piqûres et le temps d'immersion. Ceci confirme davantage l'effet du temps d'immersion sur la densité et la profondeur des piqûres.

VI.4. Interprétation des résultats des essais de fatigue

VI.4.1. Résultats des essais de fatigue obtenus sur des éprouvettes saines (non corrodés)

Les conditions des essais de fatigue sont regroupées dans le tableau VI.3. Ces conditions se traduisent par les contraintes appliqués (σ), le nombre de cycle à rupture (N_r) et la probabilité de rupture (Pr %).

Les résultats des essais de fatigue sont traités au moyen de la méthode **S.A.F.D.**

Norme **ISO 3800**.

$$Pr = \frac{3i-1}{3n+1} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

Pr : probabilité de rupture.

i: ordre des éprouvettes.

n: nombre des éprouvettes.

$$K = \frac{\log\left(\frac{N_2}{N_1}\right)}{\log\left(\frac{\sigma_1}{\sigma_2}\right)} \dots \dots \dots (2)$$

$$T_N = 1: \frac{N_{10\%}}{N_{90\%}} \dots \dots \dots (3)$$

$$T_\sigma = 1: \frac{\sigma_{10\%}}{\sigma_{90\%}} \dots \dots \dots (4)$$

K : la pente.

N : le nombre de cycle.

σ : la contrainte.

T_N : la distribution de nombre de cycle.

T _{σ} : la distribution de contrainte.

Les courbes de Wöhler de toutes les séries sont tracés à l'aide d'un programme nommé "**Wöhlerauswertung**" de l'Institut de Conception et d'Analyse Structurale de Navires à l'Université de Technologie de Hambourg.

Tableau VI. 3. Nombres de cycles à rupture, probabilités de rupture pour les différentes amplitudes de contraintes utilisées pour l'Aluminium 1050A non corrodé en traction-compression ($R = -1$).

Contrainte (MPa)	Nombre de cycles à rupture	Probabilité de rupture (%)
45	4 994 500	3,13
50	2 732 350	7,81
	3 840 000	12,50
	4 088 850	17,19
	4 259 240	21,88
55	1 069 710	26,56
	1 355 636	31,25
60	898 500	35,94
	1 156 275	40,63
	1 212 000	45,31
	1 324 000	50,00
65	427 800	54,69
	500 000	59,38
70	132 650	64,06
	156 600	68,75
	561 880	73,44
75	118 350	78,13
	112 000	82,81
80	43 270	87,50
	80 330	92,19
	90 000	96,88

La figure VI.11 présente la courbe S-N de l'Aluminium 1050A non corrodé en traction-compression ($R = -1$).

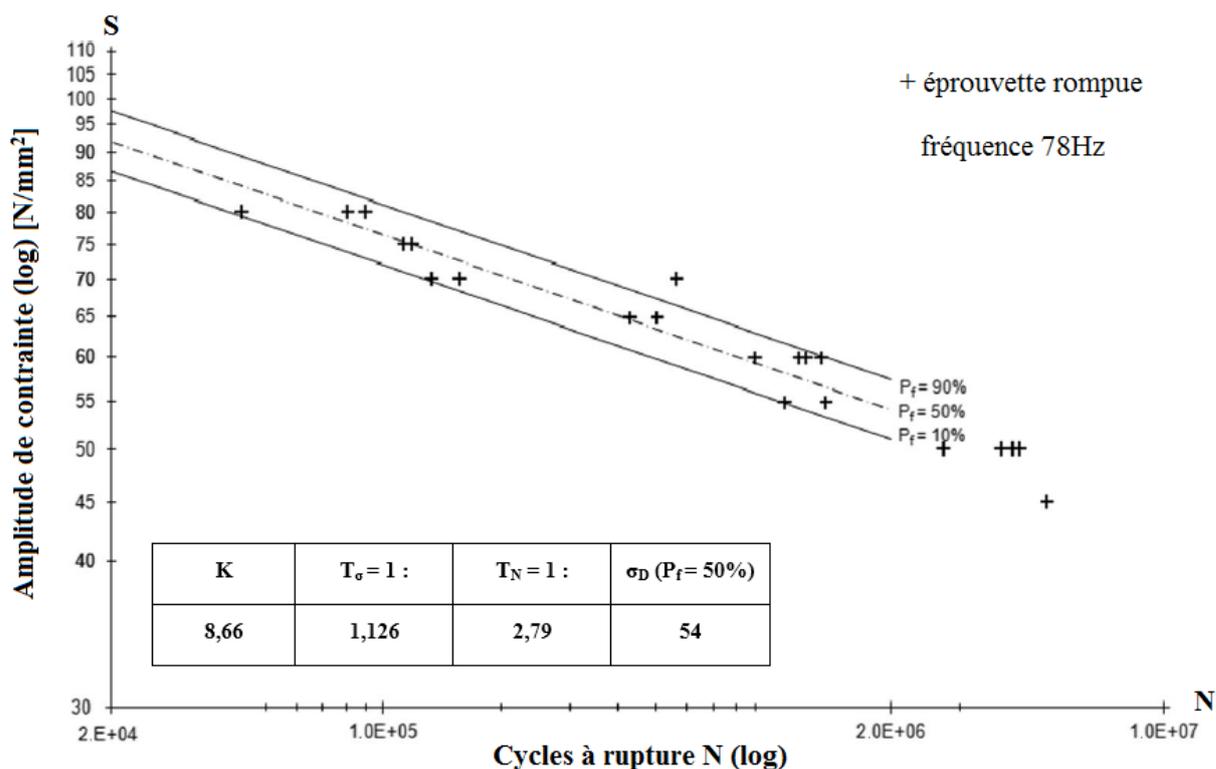


Figure VI. 11. Courbe S-N de l'Aluminium 1050A non corrodé en traction-compression (R = -1).

Les résultats des essais de fatigue sur des éprouvettes non corrodés testés en sollicitation cyclique purement alternée de traction-compression (R= -1) pour une durée fixée à 10⁷ cycles ont donné une limite d'endurance de 54 MPa, K est de 8.66, T_σ est de 1.126, T_N est de 2.79.

VI.4.2. Résultats des essais obtenus sur éprouvettes corrodées

Les conditions des essais de fatigue-corrosion pour le cas éprouvettes corrodés pendant 8h sont regroupés dans le tableau VI.4. Ces conditions se traduisent par les contraintes appliqués (σ), le nombre de cycle à rupture (N_r) et la probabilité de rupture (Pr %).

Cas des éprouvettes corrodés pendant 8h

Tableau VI. 4. Nombres de cycles à rupture, probabilités de rupture pour les différentes amplitudes de contraintes utilisées, 8h corrosion dans 3.5% NaCl.

Contrainte (MPa)	Nombre de cycles à rupture	Probabilité de rupture (%)
45	3 082 185	3,85
	4 925 485	9,62
50	882 610	15,38
	1 166 800	21,15
55	1 098 000	26,92
	1 140 500	32,69
60	570 000	38,46
	662 760	44,23
	694 900	50,00
	1 003 000	55,77
65	660 230	61,54
	551 800	67,31
70	100 500	73,08
	370 265	78,85
75	45 462	84,62
	75 200	90,38
	59 710	96,15

La figure VI.12 présente la courbe S-N de l'Aluminium 1050A après 8h immersion dans 3,5% NaCl en traction-compression ($R = -1$).

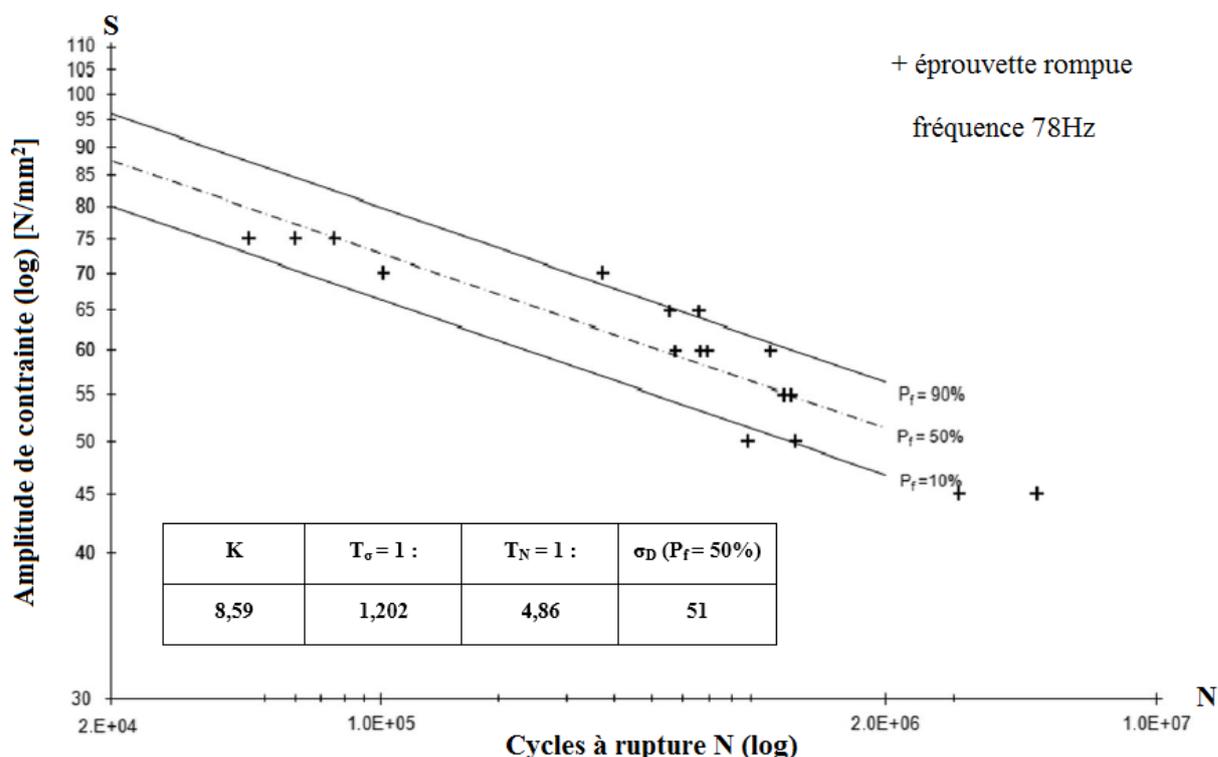


Figure VI. 12. Courbe S-N de l'Aluminium 1050A après 8h immersion dans 3,5% NaCl en traction-compression (R = -1).

La limite d'endurance est de 51 MPa pour une durée fixée à 10⁷ cycles, K est de 8.59, T_σ est de 1.202, T_N est de 4.86.

Les conditions des essais de fatigue-corrosion pour le cas éprouvettes corrodés pendant 24h sont regroupés dans le tableau VI.5. Ces conditions se traduisent par les contraintes appliqués (σ), le nombre de cycle à rupture (N_r) et la probabilité de rupture (Pr %).

Cas des éprouvettes corrodés pendant 24h

Tableau VI. 5. Nombres de cycles à rupture, probabilités de rupture pour les différentes amplitudes de contraintes utilisés, 24h corrosion dans 3.5% NaCl.

Contrainte (MPa)	Nombre de cycles à rupture	Probabilité de rupture (%)
45	8 606 560	3,85
50	3 830 560	9,62
	1 507 000	15,38
	1 515 350	21,15
	2 409 000	26,92
55	1 820 660	32,69
	1 403 600	38,46
	1 123 610	44,23
60	328 515	50,00
	518 000	55,77
	761 650	61,54
	822 000	67,31
65	270 800	73,08
	410 000	78,85
70	472 000	84,62
75	33 220	90,38
	53 033	96,15

La figure VI.13 présente la courbe S-N de l'Aluminium 1050A après 24h immersion dans 3,5% NaCl en traction-compression ($R = -1$).

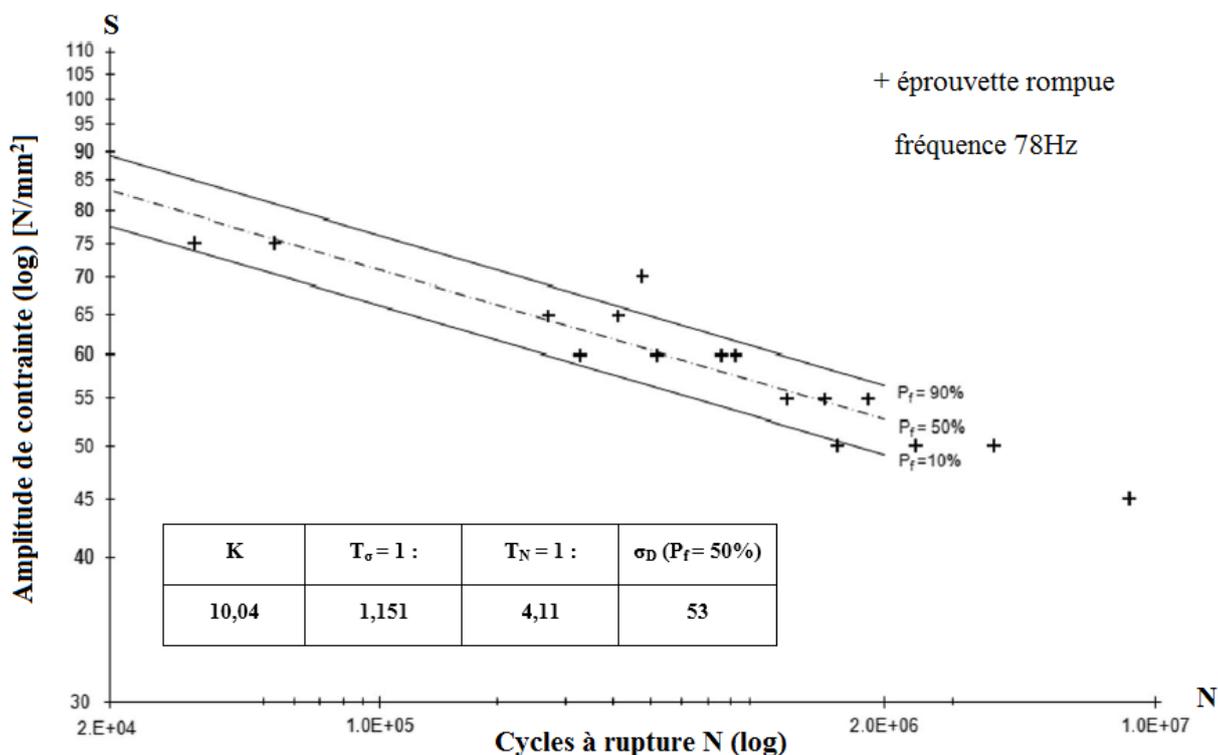


Figure VI. 13. Courbe S-N de l'Aluminium 1050A après 24h immersion dans 3,5% NaCl en traction-compression ($R = -1$).

La limite d'endurance est de 53 MPa pour une durée fixée à 10^7 cycles, K est de 10.04, T_σ est de 1.151, T_N est de 4.11.

Les conditions des essais de fatigue-corrosion pour le cas éprouvettes corrodés pendant 40h sont regroupés dans le tableau VI.6. Ces conditions se traduisent par les contraintes appliqués (σ), le nombre de cycle à rupture (N_r) et la probabilité de rupture (P_r %).

Cas des éprouvettes corrodés pendant 40h

Tableau VI. 6. Nombres de cycles à rupture, probabilités de rupture pour les différentes amplitudes de contraintes utilisés, 40h corrosion dans 3.5% NaCl.

Contrainte (MPa)	Nombre de cycles à rupture	Probabilité de rupture (%)
50	4 413 780	3,64
	3 680 658	9,09
	2 489 388	14,55
	2 813 660	20,00
55	1 452 915	25,45
	1 381 850	30,91
60	643 420	36,36
	844 160	41,82
	695 750	47,27
65	1 011 150	52,73
	791 750	58,18
70	178 380	63,64
	272 200	69,09
	168 000	74,55
	200 580	80,00
70	163 400	85,45
75	28 500	90,91
	53 620	96,36

La figure VI.14 présente la courbe S-N de l'Aluminium 1050A après 40h immersion dans 3,5% NaCl en traction-compression ($R = -1$).

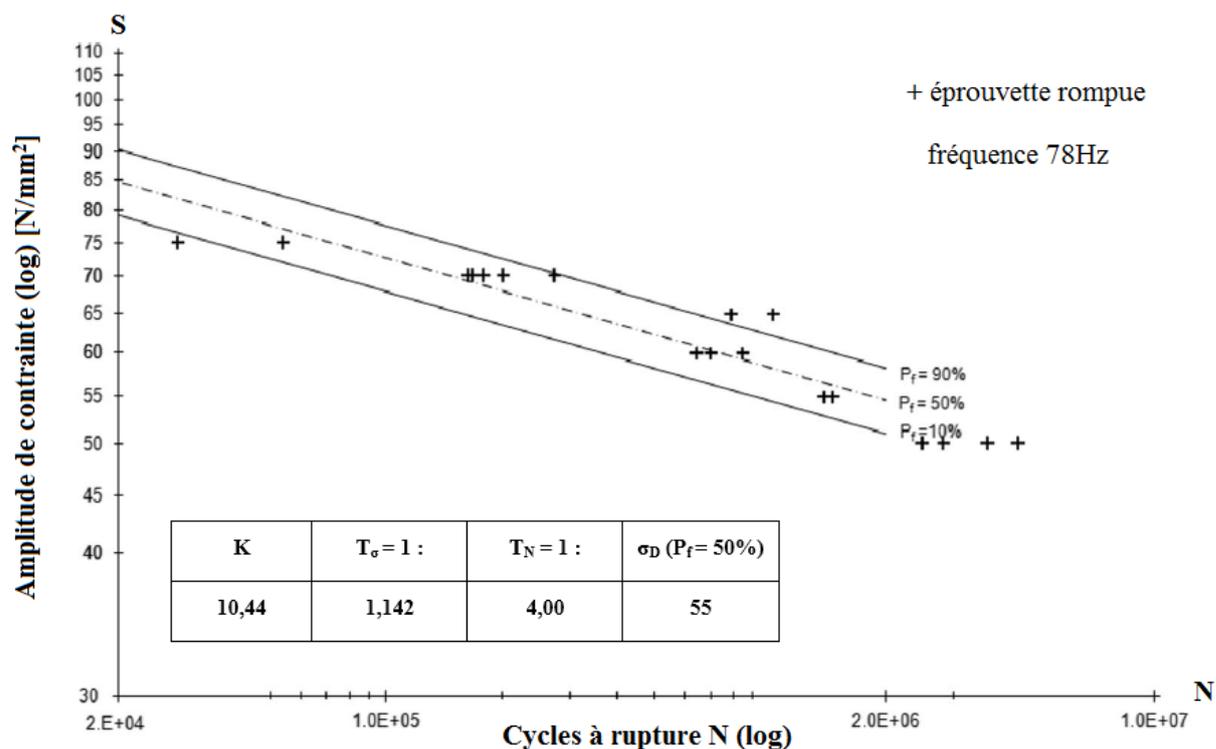


Figure VI. 14. Courbe S-N de l'Aluminium 1050A après 40h immersion dans 3,5% NaCl en traction-compression ($R = -1$).

La limite d'endurance est de 55 MPa pour une durée fixée à 10^7 cycles, K est de 10.44, T_σ est de 1.142, T_N est de 4.00.

Les conditions des essais de fatigue-corrosion pour le cas éprouvettes corrodés pendant 56h sont regroupés dans le tableau VI.7. Ces conditions se traduisent par les contraintes appliqués (σ), le nombre de cycle à rupture (N_r) et la probabilité de rupture ($Pr \%$).

Cas des éprouvettes corrodés pendant 56h

Tableau VI. 7. Nombres de cycles à rupture, probabilités de rupture pour les différentes amplitudes de contraintes utilisés, 56h corrosion dans 3.5% NaCl.

Contrainte (MPa)	Nombre de cycles à rupture	Probabilité de rupture (%)
45	1 276 050	4,35
50	5 261 000	10,87
	1 646 600	17,39
55	2 609 862	23,91
	1 463 665	30,43
60	1 704 510	36,96
	655 230	43,48
65	548 000	50,00
	589 334	56,52

La figure VI.15 présente la courbe S-N de l'Aluminium 1050A après 56h immersion dans 3,5% NaCl en traction-compression (R = -1).

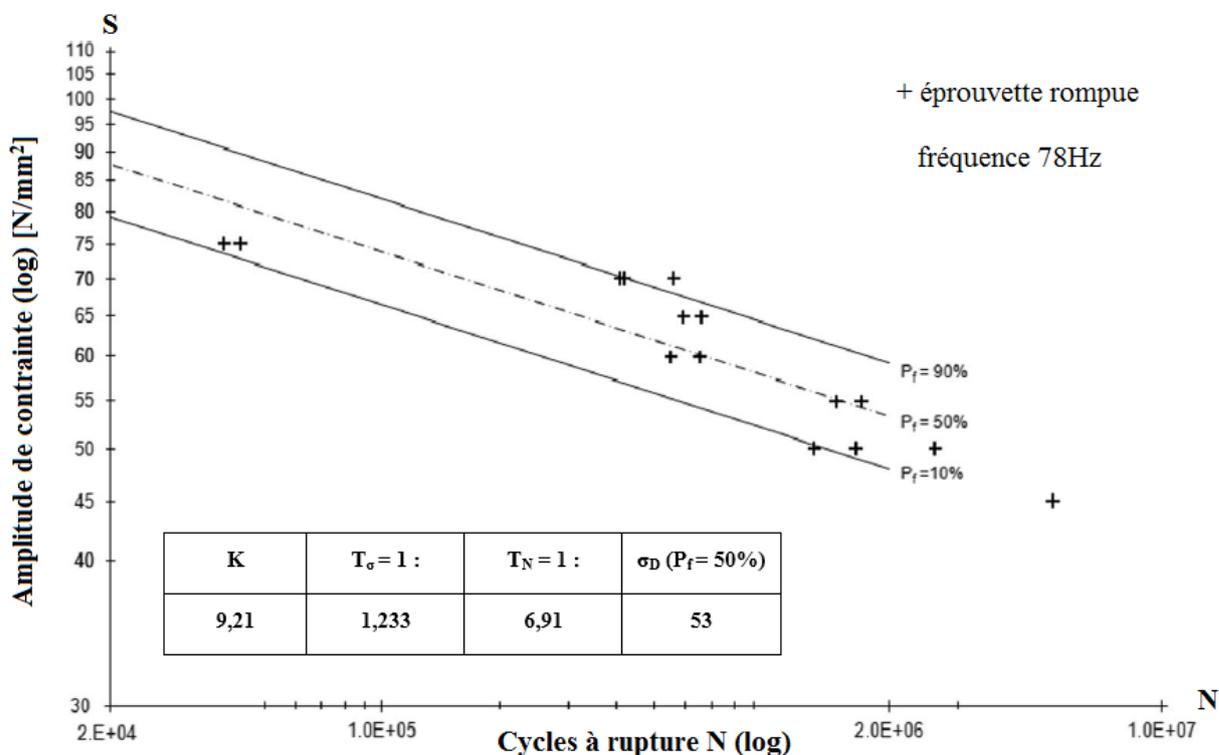


Figure VI. 15. Courbe S-N de l'Aluminium 1050A après 56h immersion dans 3,5% NaCl en traction-compression (R = -1).

La limite d'endurance est de 53 MPa pour une durée fixée à 10^7 cycles, K est de 9.21, T_σ est de 1.233, T_N est de 6.91.

Les conditions des essais de fatigue-corrosion pour le cas éprouvettes corrodés pendant 72h sont regroupés dans le tableau VI.8. Ces conditions se traduisent par les contraintes appliqués (σ), le nombre de cycle à rupture (N_r) et la probabilité de rupture (Pr %).

Cas des éprouvettes corrodés pendant 72h

Tableau VI. 8. Nombres de cycles à rupture, probabilités de rupture pour les différentes amplitudes de contraintes utilisés, 72h corrosion dans 3.5% NaCl.

Contrainte (MPa)	Nombre de cycles à rupture	Probabilité de rupture (%)
40	6 461 053	3,85
45	5 582 428	9,62
50	1 729 068	15,38
	2 747 010	21,15
	3 141 108	26,92
55	1 156 440	32,69
	979 055	38,46
60	892 000	44,23
	1 019 500	50,00
	775 700	55,77
65	472 580	61,54
	509 760	67,31
70	429 500	73,08
	426 000	78,85
75	151 098	84,62
	92 130	90,38
	101 900	96,15

La figure VI.16 présente la courbe S-N de l'Aluminium 1050A après 72h immersion dans 3,5% NaCl en traction-compression ($R = -1$).

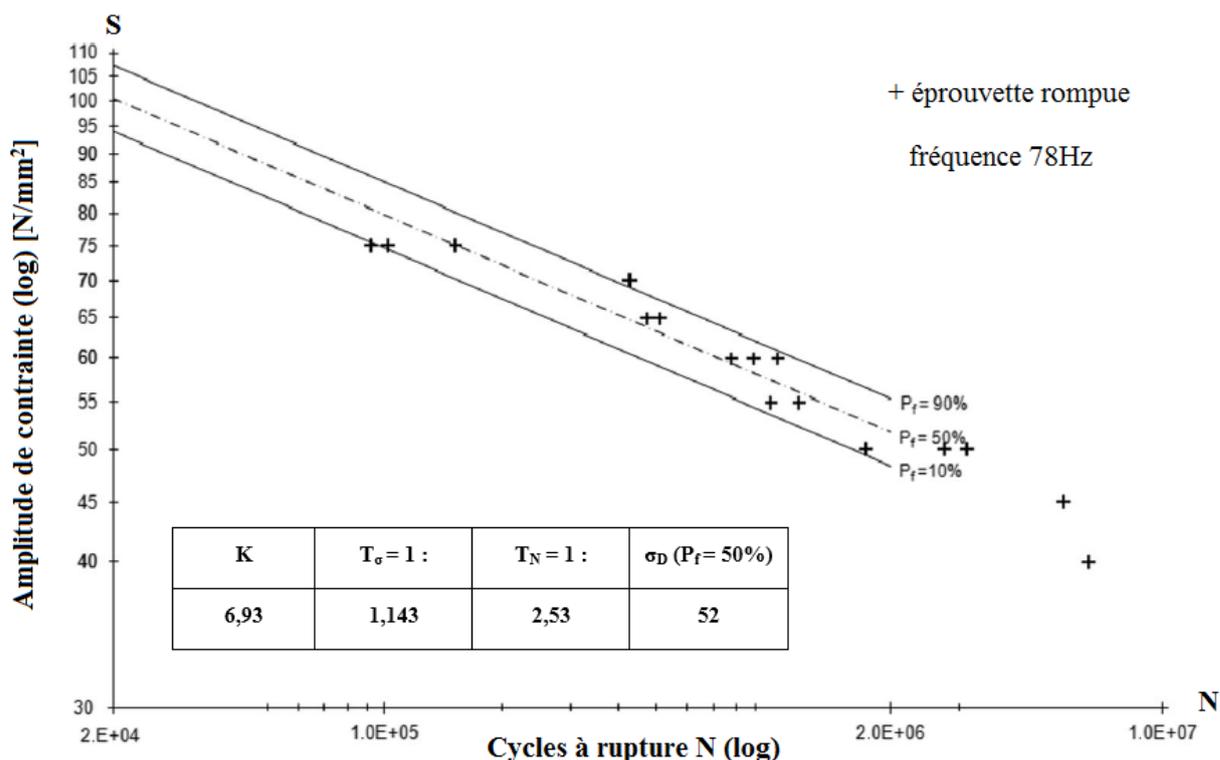


Figure VI. 16. Courbe S-N de l'Aluminium 1050A après 72h immersion dans 3,5% NaCl en traction-compression ($R = -1$).

La limite d'endurance est de 52 MPa pour une durée fixée à 10^7 cycles, K est de 6.93, T_{σ} est de 1.143, T_N est de 2.53.

VI.4.3. Comparaison entre la pente K, distribution de contrainte (T_{σ}), distribution de nombre de cycle (T_N), limite d'endurance (σ_D) pour les essais de fatigue et fatigue-corrosion

Les courbes S-N de l'aluminium 1050A non corrodé et corrodé avec différents temps d'immersion dans 3,5% NaCl et chargement traction-compression avec un rapport de contrainte ($R = -1$) présentés dans (Figures VI.11, VI.12, VI.13, VI.14, VI.15 et VI.16). La figure VI.11 montre les résultats de non corrodé qui a donné une limite de fatigue à environ 54 MPa, pente K à environ 8,66, distribution de contrainte à environ 1,126, et distribution de nombre de cycle à environ 2,79. La figure VI.12 présente les résultats de 8 h immersion où la limite de fatigue a diminué à 51 MPa, la pente K a diminué à 8,59, la distribution de contrainte à 1,202 et la distribution de nombre de cycles à 4,86 par rapport aux résultats des éprouvettes non corrodés. La figure VI.13 présente les résultats de 24 h immersion où la

limite de fatigue a diminué à 53 MPa, augmentation de la pente K à 10,04, la distribution de contrainte à 1,151, et la distribution de nombre du cycle à 4,11. La figure VI.14 présente les résultats de 40 h immersion où il y a une augmentation de la limite de fatigue à 55 MPa, augmentation de la pente K à 10.44, la distribution de contrainte à 1.142 et la distribution de nombre du cycle à 4. La figure VI.15 présente les résultats de 56 h immersion où la limite de fatigue a diminué à 53 MPa, augmentation de la pente K à 9.21, la distribution de contrainte à 1.233, et la distribution de nombre du cycle à 6,91. La figure VI.16 présente les résultats de 72 h immersion où la limite de fatigue a diminué à 52 MPa, la pente K a diminué à 6,93, la distribution de contrainte à 1,143, et la distribution de nombre du cycle à 2,53. La pente K dépend de la nature du matériau. La figure VI.17 présente l'évolution du K en fonction du temps d'immersion.

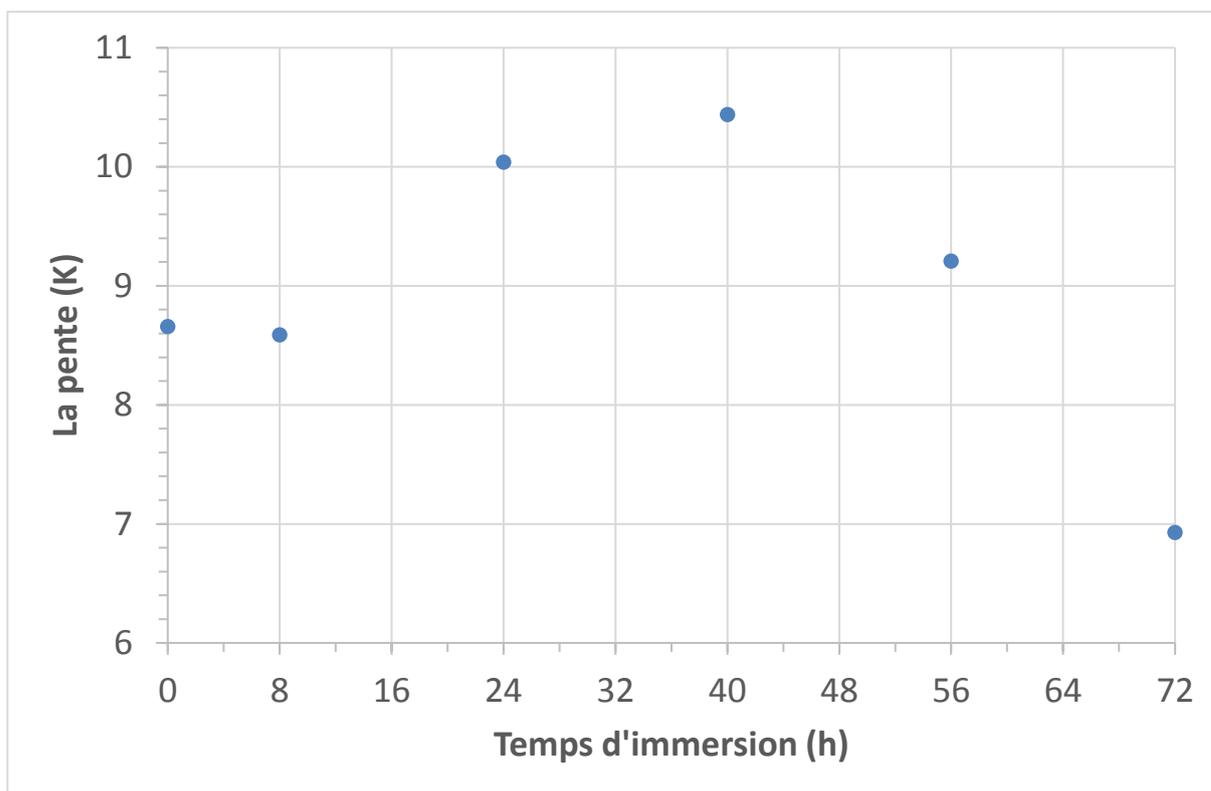


Figure VI. 17. Evolution de la pente K en fonction du temps d'immersion.

La figure VI.17 montre que l'évolution du K est presque stable jusqu'à 8h d'immersion et la distribution de T_{σ} et T_N a augmenté jusqu'à 1,202 et 4,86 successivement. Après 24 et 40h d'immersion, K a augmenté jusqu'à 10,44 et la distribution de T_{σ} et T_N a diminué jusqu'à

1,142 et 4,00 successivement. Après 56 et 72h d'immersion, K a diminué jusqu'à 6,93. La distribution de T_{σ} et T_N a augmenté jusqu'à 1,233 et 6,91 pour 56h d'immersion, successivement. Par contre, cette distribution a diminué jusqu'à 1,143 et 2,53 pour 72h d'immersion. La limite d'endurance a diminué jusqu'à 51, 53, 53, 52 après 8, 24, 56, 72 h d'immersion, successivement. Elle a augmenté à 55 après 40h d'immersion.

VI.4.4. Effet de la corrosion sur les propriétés de la limite d'endurance en fatigue dans l'air

La figure VI.11 montre la courbe Wöhler S-N de l'aluminium 1050A non-corrodé chargé en traction-compression avec une limite d'endurance de 54 MPa, et la figure VI.16 montre la courbe de Wöhler S-N après Immersion de 72 h dans 3,5% NaCl chargé en traction-compression avec limite d'endurance de 52 MPa.

Il est clair qu'il n'y a pas différence significative entre les deux limites d'endurance, donc la densité des piqûres de corrosion pour 72 h d'immersion qui est égale à 1068 piqûres/mm² n'a pas d'effet significatif sur la diminution de limite de fatigue de l'aluminium 1050A.

Abdulstaar, M.A. et al ont constaté que la résistance à la fatigue de l'aluminium 1050 avec des grains fins pour des échantillons lisses est égale à 50 MPa [122]. Figures VI.11, VI.12, VI.13, VI.14, VI.15 et VI.16 montrent des valeurs de résistance à la fatigue égales à 54, 51, 53, 55, 53 et 52 MPa, respectivement, qui sont proche de la résistance à la fatigue des grains fins pour des échantillons lisses (50 MPa).

La figure VI.12 montre une valeur de résistance à la fatigue égale à 51 MPa qui est presque similaire à la résistance à la fatigue des grains fins pour les échantillons lisses (50 MPa). Ceci correspond à la structure de matériau étudié présenté dans la micrographie.

Soliman, M. S. et al ont suggéré que la résistance à la fatigue de l'aluminium 1050 en fatigue à cycle élevé (HCF) est liée à la limite élastique et la résistance à la traction.

La résistance à la fatigue augmente lorsque la résistance statique augmente avec nombre de passages pour le même canal d'extrusion. Échantillons 2BC ont montré une résistance à la fatigue plus élevée (48,2 MPa) par rapport à 2A (46,6 MPa). Échantillons 4A ont montré une résistance à la fatigue presque similaire (51,3 MPa) par rapport à 4BC (52,1 MPa) [29]. Ceci montre que le matériau étudié est certainement corroyé ou écroui par laminage et semi-recristallisé.

Les figures VI.12, VI.13, VI.15 et VI.16 montrent des valeurs de résistance à la fatigue égales à 51, 53, 53 et 52 MPa, respectivement, qui sont presque similaires à la résistance à la fatigue des échantillons 4A (51,3 MPa) et des échantillons de 4BC (52,1 MPa). Les figures VI.11 et VI.14 montrent les valeurs de la résistance à la fatigue égales à 54 et 55 MPa, respectivement, qui sont supérieures à la résistance à la fatigue des échantillons 2A (46,6 MPa) et des échantillons de 2BC (48,2 MPa).

Il est clair qu'il n'y a pas de grandes différences dans la durée de vie en fatigue entre les échantillons non corrodés et corrodés avec 8, 24, 40, 56 et 72 h d'immersion. Ceci permet de supposer que dans le cas de l'aluminium pur corroyé ou écroui par laminage et semi-recristallisé, la corrosion par piqûre des échantillons semble ne pas influencer fortement la limite d'endurance. L'état d'écrouissage a augmenté la limite élastique et la limite d'endurance même en présence d'une corrosion par piqûre. Le tableau VI.9 présente la densité des piqûres et σ_D pour différents temps d'immersion. La figure VI.18 présente l'évolution de la σ_D en fonction du temps d'immersion.

Tableau VI. 9. Densité des piqûres et σ_D pour différents temps d'immersion.

Echantillon	Temps d'immersion (h)	Densité des piqûres (piqûres/mm ²)	σ_D
N.C	0	0	54
C.8	8	290	51
C.24	24	300	53
C.40	40	583	55
C.56	56	622	53
C.72	72	1068	52

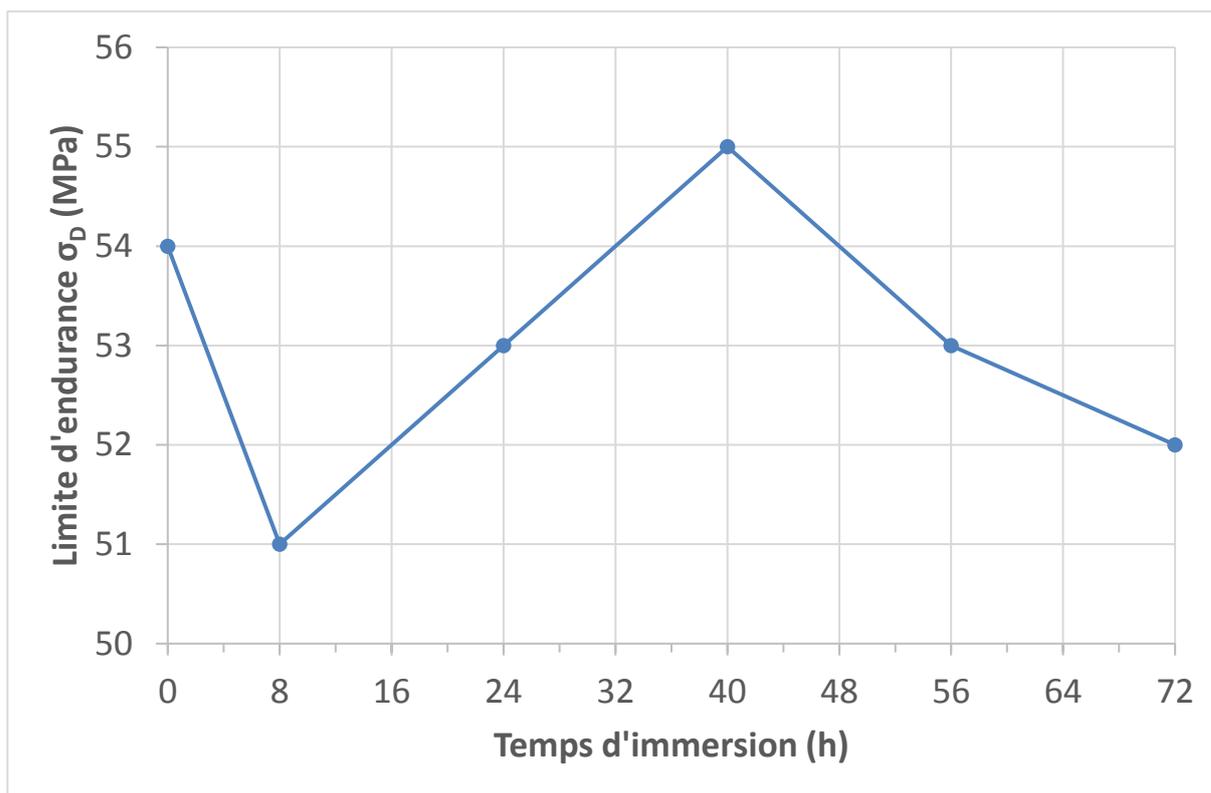


Figure VI. 18. Evolution de la limite d'endurance σ_D en fonction du temps d'immersion.

VI.5. Observation des faciès de rupture par fatigue des échantillons non corrodés et corrodés pendant 24, et 72 h

L'étude par le microscope électronique à balayage du faciès de rupture par fatigue des échantillons d'aluminium 1050A constitue un complément d'information sur le comportement du matériau corrodé par rapport au matériau sain. De ce fait, nous avons proposé d'observer trois échantillons, l'un à l'état de livraison (sain) et les deux autres corrodés pendant 24, et 72 h d'immersion dans une solution à 3,5% NaCl, avant l'essai de fatigue. Les résultats d'observation sont présentés dans la figure VI.19.

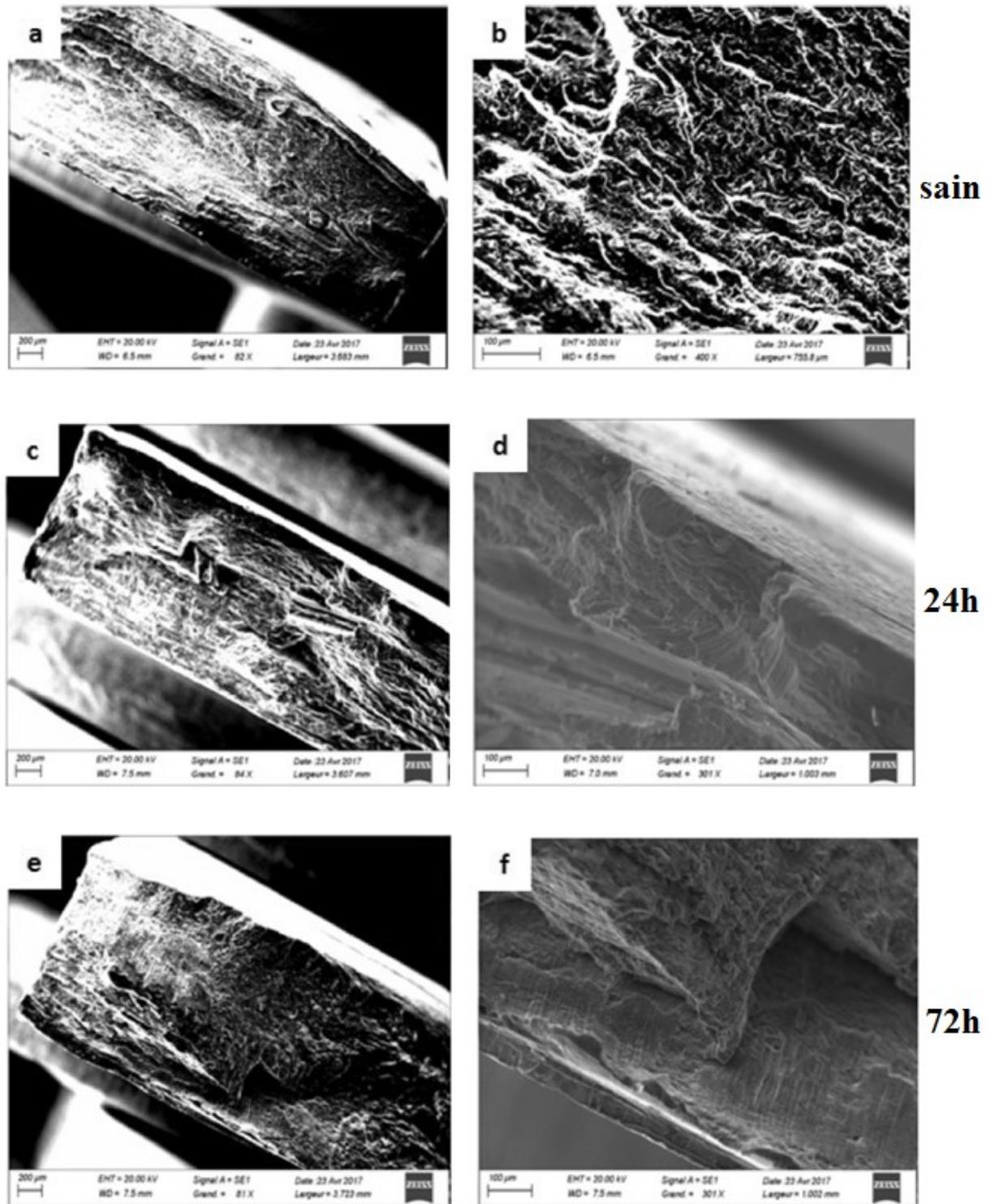


Figure VI. 19. Vue générale par MEB de la surface rompue des échantillons d'aluminium 1050A pour une amplitude de contrainte $\sigma_a = 50\text{MPa}$, (a, b) sans corrosion, (c, d) (e, f) 24h et 72h immersion dans une solution de 3,5% NaCl, successivement.

Les caractéristiques de la surface fracturée à l'amplitude de contrainte σ_a égal à 50 MPa sont montrés sur la figure VI.19 pour les échantillons non-corrodés et corrodés (24 et

72 h) dans une solution de 3,5% NaCl. La figure VI.19a montre une vue globale de la surface fracturée à $\sigma_a = 50\text{MPa}$ et nombre de cycles à la rupture de $8,5 \times 10^6$ cycles sans corrosion il est composé de zones de clivage, qui sont représenté en grossissement supérieur sur la figure VI.19b, et la fissure commencée à partir de l'intérieur de l'échantillon qui conduit à la rupture après propagation. D'autre part, pour 24h immersion, zones de clivage et la corrosion sont observées que suggérer une oxydation de l'aluminium à la même amplitude de contrainte et un nombre de cycles à la rupture de $3,8 \times 10^6$ cycles (figure VI.19c) qui sont représentés avec un grossissement plus élevé sur la figure VI.19d, et la microfissure a commencé à la surface de l'échantillon en raison de présence de piqûre de corrosion, et conduit à la rupture après la propagation avec la fissure intérieure. Les mêmes caractéristiques sont vues pour 72h immersion de la même amplitude de contrainte et un nombre de cycles à la rupture de 3×10^6 cycles (figure VI.19e) qui sont montrés dans un grossissement supérieur sur la figure VI.19f. Ces observations ont révélé une rupture ductile principale. La fracture fragile montré par MEB après 72 h immersion dans une solution de 3,5% NaCl prouvé que la plus faible valeur de la limite d'endurance a été trouvé sous forme hémisphérique avec une petite taille de piqûre (Figures VI.19e et f).

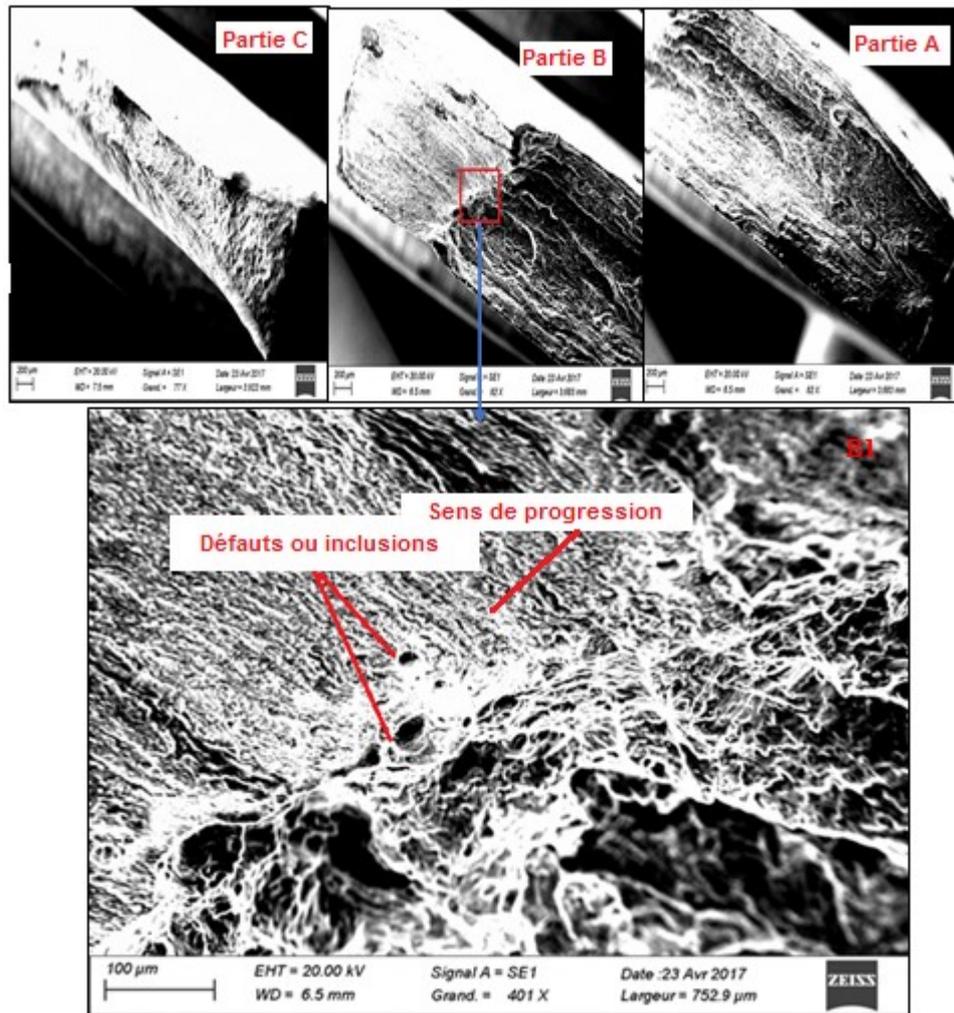


Figure VI. 20. Faciès de rupture par fatigue de l'échantillon sains. (A) Extrême 1 ou début de rupture, (B) Centre ou début de rupture ; (C) extrême2 ou fin de rupture. (B1) Détail de la zone d'amorçage.

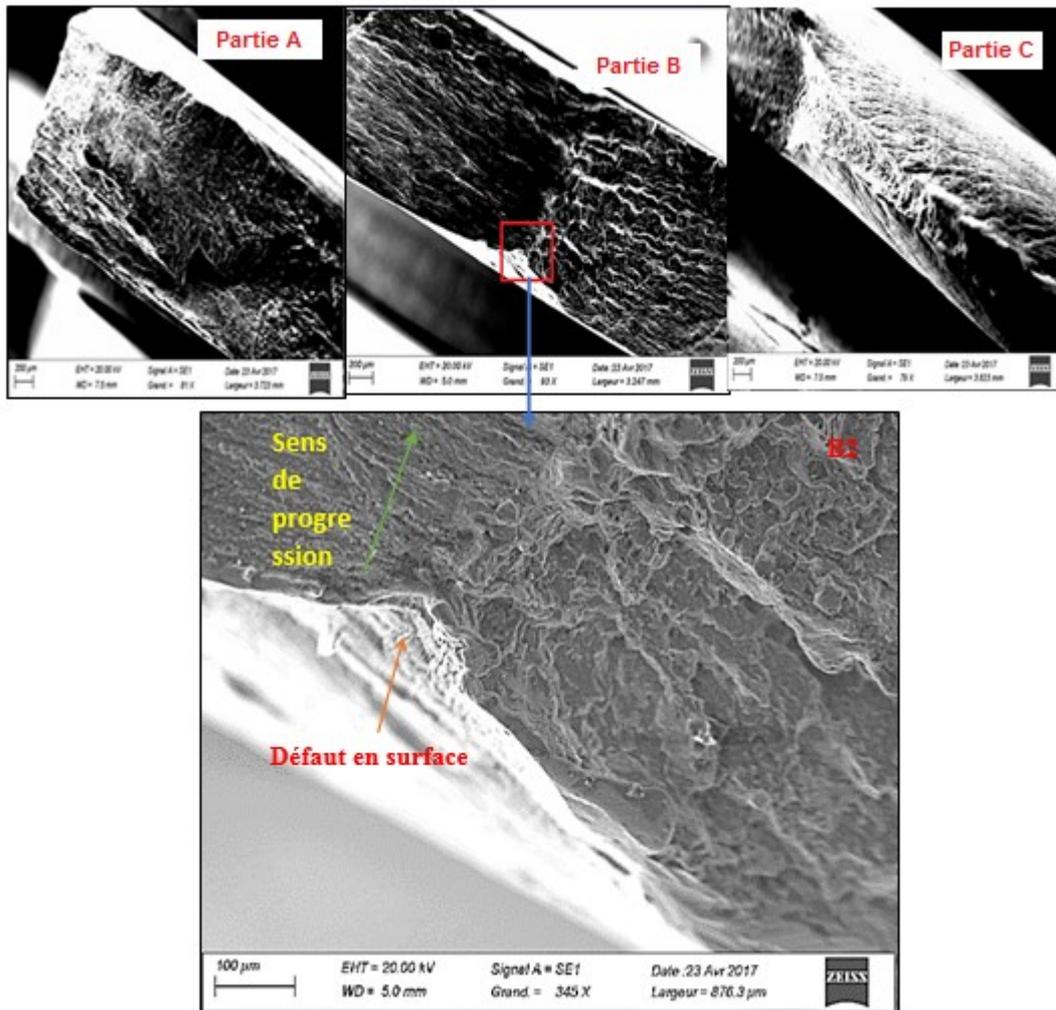


Figure VI. 21. Faciès de rupture par fatigue de l'échantillon corrodé durant 72h. (A) extrême 1 ou début de rupture, (B) Centre ou début de rupture ; (C) extrême2 ou fin de rupture. (B2) Détails de la zone d'amorçage.

L'examen de ces faciès montre qu'il y a une différence entre les deux types de ruptures dans les parties (A) et (B) des deux figures. Ces parties représentent les zones d'amorçage et de propagation progressive des fissures. Bien que dans les deux matériaux sain et corrodé, la rupture se produit dans ces deux zones (A) et (B) par clivage. L'observation par MEB révèle donc dans ces deux zones (A) et (B) une rupture par fatigue de type fragile ou transgranulaire. Quant à la partie (C), elle est la même dans les deux échantillons cas et représente la rupture finale. Cette rupture finale semble être ductile. Cependant, on a constaté une différence entre les faciès des deux échantillons si on observe les détails donnés par les fractographies B1 et B2. Cette différence peut être justifiée par le fait que l'amorçage et la propagation sont influencés par plusieurs paramètres, entre autres les défauts internes et de surface, et aussi

l'amplitude des contraintes. En effet, on a observé que, dans le cas du matériau sain, l'amorçage de la rupture par fatigue peut être causé probablement par la présence des micro-défauts ou inclusions internes présents dans le volume. Par contre, dans le matériau corrodé durant 72h, l'amorçage de la rupture peut être provoqué probablement par des défauts ou piqûres présents en surface. Par ailleurs, en tenant compte de la durée de vie des échantillons testés en fatigue, 8.600.000 cycles pour le matériau sain et 3.150.000 cycles pour le matériau corrodé à 72 h, on peut déduire que l'amorçage et propagation des fissures sous amplitudes causés par la présence des défauts internes sont plus lents. Alors que la présence des piqûres de corrosion en surface réduit la résistance à la fatigue.

VI.5.1. Examen des piqûres de corrosion par MEB après rupture par fatigue

L'observation des piqûres au MEB permet d'évaluer leur profondeur de pénétration et leur contribution dans la détérioration du matériau durant les tests de fatigue. Les résultats d'observation sont présentés dans les figures VI.22.

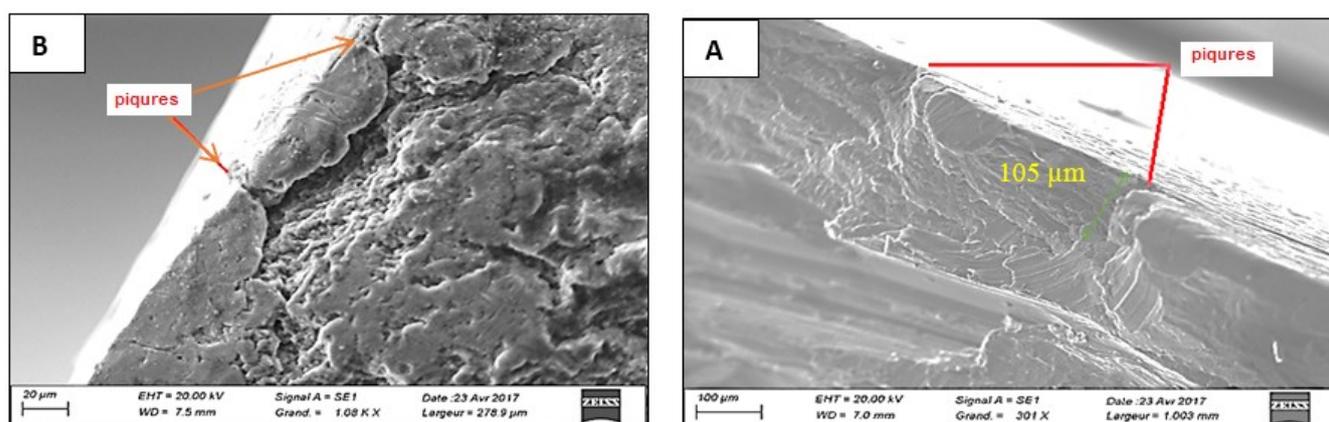


Figure VI. 22. Piqûres de corrosion par immersion en solution 3,5%NaCl durant 24h (A) et 72h (B).

La fractographie (A – 24 h) montre l'effet de la piqûre en relation directe avec l'amorçage et la progression de la rupture par fatigue. Les stries de fatigue sont clairement visibles sur l'image. Quant à la fractographie (B - 72 h), elle montre clairement l'effet de la piqûre sur la détérioration du matériau sous la peau. De ce fait, on note une forte contribution de la piqûre à la détérioration du matériau durant le test de fatigue et qui se traduit par la diminution du nombre de cycles le nombre de vie de l'éprouvette.

Conclusion générale

Conclusion générale

Ce travail porte sur l'étude de l'endommagement par fatigue et fatigue-corrosion d'aluminium 1050A. Au cours de ce travail de recherche l'effet de la densité des piqûres de corrosion sur la durée de vie en fatigue de ce matériau constitue la partie essentielle de cette étude.

Différentes techniques expérimentales sont utilisées pour étudier cet effet sur la durée de vie en fatigue d'aluminium 1050A. Nous avons essentiellement utilisé la microscopie optique (MO), la microscopie électronique à balayage (MEB) et la microdureté (HV).

Cette étude nous a permis de mieux comprendre l'effet de la densité des piqûres de corrosion sur le comportement à l'endommagement d'aluminium 1050A.

Les résultats de fatigue et fatigue-corrosion obtenus sont comme suit :

- La densité de piqûres augmente à mesure que le temps d'immersion augmente.
- Il n'y a pas d'influence significative de la densité de piqûres sur la résistance à la fatigue de l'aluminium 1050A après 8, 24, 40, 56 et 72 h d'immersion dans une solution de 3,5% NaCl.
 - Après 8 et 24 h d'immersion, les piqûres apparaissent sous forme hémisphérique avec une petite taille et une profondeur assez bien définie.
 - La forme des piqûres se transforme en quasi-conique avec une grande taille après 40h d'immersion et une profondeur correspondante.
 - Après 56 et 72 h immersion, les piqûres reviennent à la première forme hémisphérique avec une plus petite taille par rapport à 8 et 24 h.
 - Il n'y a pas un effet significatif sur la diminution de limite d'endurance de l'aluminium 1050A après 72h d'immersion.
 - La densité des piqûres de corrosion a augmenté environ plus de trois fois après 72 h d'immersion par rapport 24 h immersion.
 - La fissure augmente en diamètre et en profondeur.
 - La fissure a commencé à l'intérieur des échantillons non corrodés et conduit à la rupture après la propagation. D'autre part, la microfissure a commencé à la surface des échantillons

pour 24 et 72 h immersion dans une solution de 3,5% NaCl due à la présence de corrosion par piqûres, et provoquant une rupture après propagation avec la fissure interne.

- La profondeur moyenne des piqûres développées dans l'échantillon corrodé durant 72h, a atteint la valeur de 130 μm . Elle est plus grande que la profondeur moyenne des piqûres développée dans l'échantillon corrodé durant 24h, et qui a atteint seulement la valeur de 105 μm . De ce fait, on est amené à admettre qu'il y a une relation proportionnelle entre la profondeur des piqûres et le temps d'immersion.

-La microscopie électronique à balayage montre des zones de clivage dans toutes surfaces fracturées du dernier cycle. C'est une rupture obtenue par déformation plastique.

- L'observation par MEB révèle une rupture par fatigue de type fragile ou transgranulaire, la rupture finale semble être ductile. La rupture finale est obtenue par étirement.

- Dans le cas du matériau sain, l'amorçage de la rupture par fatigue peut être causé probablement par la présence des micro-défauts ou inclusions internes présents dans le volume. Par contre, dans le matériau corrodé durant 72h, l'amorçage de la rupture peut être provoqué probablement par des défauts ou piqûres présents en surface.

- La fractographie (A-24 h) montre l'effet de la piqûre en relation directe avec l'amorçage et la progression de la rupture par fatigue. Les stries de fatigue sont clairement visibles sur l'image. Quant à la fractographie (B-72 h), elle montre clairement l'effet de la piqûre sur la détérioration du matériau au niveau de la peau d'éprouvette.

- On comparaison avec le travail de Abdulstaar, M.A. et al, on a constaté que les valeurs de la résistance à la fatigue de notre matériau correspondent aux éprouvettes non-corrodés et corrodés pendant 8, 24, 40, 56 et 72h sont moins que la résistance à la fatigue des grains ultrafine (UFG) de l'aluminium 1050A pour des échantillons lisses (90 MPa). Les valeurs de la résistance à la fatigue correspondent aux éprouvettes non-corrodés et corrodés pendant 24, 40, 56 et 72h sont plus élevés que la résistance à la fatigue des grains fins (FG) et grains grossiers (CG) pour des échantillons lisses de 50 et 40 MPa, respectivement. La valeur de la résistance à la fatigue correspond aux éprouvettes corrodés pendant 8h est presque similaire à la résistance à la fatigue de (FG) pour échantillons lisses (50 MPa). Les valeurs de la résistance à la fatigue correspondent aux éprouvettes non-corrodés et corrodés pendant 24, 40, 56 et 72h sont supérieures à la résistance en fatigue d'UFG, FG, et CG (50, 35 et 35 MPa), respectivement, pour les échantillons entaillés. La valeur de la résistance à la fatigue

correspond aux éprouvettes corrodés pendant 8h presque similaire à UFG (50 MPa) pour les échantillons entaillés.

- On comparaison avec le travail de Soliman, M. S. et al on a constaté que les valeurs de la résistance à la fatigue correspondent aux éprouvettes corrodés pendant 8, 24, 56 et 72h sont presque similaire à la résistance à la fatigue des échantillons en aluminium 1050A après 4A (4 passages dans la voie A) (51,3 MPa) et des échantillons 4BC (4 passages dans la voie BC) (52,1 MPa). Les valeurs de la résistance à la fatigue correspondent aux éprouvettes non-corrodés et corrodés pendant 40h sont supérieures à la résistance à la fatigue des échantillons 2A (2 passages dans la voie A) (46,6 MPa) et des échantillons de 2BC (2 passages dans la voie BC) (48,2 MPa).

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] Sakin R, Muharrem ER (2010) Investigation of plane-bending fatigue behavior of 1100-H14 aluminum alloy. *J Fac Eng Archit Gazi Univ* 25(2) :213–223.
- [2] Sanni O, Loto CA, Popoola API (2016) Inhibitive behaviour of zinc gluconate on aluminum alloy in 3.5% NaCl solution. *Silicon* 8(2) : 195–200.
- [3] Amarnath L, Bhattacharjee A, Dutta K (2016) Ratcheting fatigue behaviour of Al-7075 T6 alloy : influence of stress parameters. *Mater Des* 115 :012018.
- [4] Sadeler R, Totik Y, Gavgalı M, Kaymaz I (2004) Improvements of fatigue behaviour in 2014 Al alloy by solution heat treating and age-hardening. *Mater Des* 25 :439–445.
- [5] Smith WF (2001) *Materials science and engineering*, Translated Author : Kınıkoğlu, N.G. (Turkish), Literature Publications, Istanbul, Turkey.
- [6] Rooy EL (2005) *ASM international handbook, properties and selection : nonferrous alloys and special-purpose materials*. In *Introduction to aluminum and aluminum alloys*, vol. 2, The Materials Information Company, USA.
- [7] Sakin R (2016) Fatigue-life estimation and material selection for commercial-purity aluminum sheets. *Res Eng Struct Mat* 2(2) :89–104.
- [8] Zhang W, Lv S, Li Z, Yao L, Tong X (2015) Relationship between fracture characterisation and fatigue life of pre-corroded aluminium alloy. *Mater Res Innov* 19(sup5) : S5-239–S5-244.
- [9] Ishihara S, Nan ZY, Mcevily AJ, Goshima T, Sunada S (2008) On the initiation and growth behavior of corrosion pits during corrosion fatigue process of industrial pure aluminum. *Int J Fatigue* 30 :1659–1668.
- [10] Guérin M (2015) Corrosion-fatigue lifetime of aluminium-copperlithium alloy 2050 in chloride solution. *Mater Des* 87 :681–692.
- [11] *Metallic Materials Physical, Mechanical, and Corrosion Properties*, Philip A. Schweitzer, P.E.
- [12] Sherif, E. M. (2013). *Journal of Industrial and Engineering Chemistry Electrochemical investigations on the corrosion inhibition of aluminum by 3-amino-1, 2, 4-triazole-5-thiol in naturally aerated stagnant seawater*. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 2–7.
- [13] S.M. Mousavifard, P.M.M. Nouri, M.M. Attar, B. Ramezanzadeh, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 19 (2013) 1031.
- [14] M.N. Katariya, A.K. Jana, P.A. Parikh, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 19 (2013) 286.
- [15] *Matériaux industrielles Matériaux métalliques*-Michel Colombie-Dunod, Paris, 2000.
- [16] Marta Lipińska, Piotr Bazarnik, M. L. (2016). The influence of severe plastic deformation processes on electrical conductivity of commercially pure aluminium and 5483 aluminum alloy. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 6, 0–6.
- [17] A. Sverdlin. "Introduction to Aluminum", in *Handbook of Aluminum*, Vol. 1, Physical Metallurgy and Processes, Edition : G.E. Totten and D.S. MacKenzie, Marcel Dekker

- Inc., New York, 2003.
- [18] Nature Physics, "L'aluminium peut devenir transparent aux ultraviolets", Vol. 5, 2009.
- [19] P. C ; Verlag, "The Technology of Aluminum and its Alloys", CRC Press, International Scientific Series, London, 1970.
- [20] Barralais J., Maeder G. (1997). Précis de métallurgie : élaboration, structures- propriétés, normalisation. AFNOR-Nathan, Paris.
- [21] El-Danaf EA. Mechanical properties, microstructure and micro-texture evolution for 1050AA deformed by equal channel angular pressing (ECAP) and post ECAP plane strain compression using two loading schemes. *Mater Des* 2012 ;34 :793–807.
- [22] Abdulstaar MA, El-Danaf EA, Waluyo NS, Wagner L. Severe plastic deformation of commercial purity aluminium by rotary swaging : microstructure evolution and mechanical properties. *Mater Sci Eng, A* 2013 ;565 :351–8.
- [23] Kwon YJ, Shigematsu I, Saito N. Mechanical properties of fine-grained aluminum alloy produced by friction stir process. *Scr Mater* 2003 ;49 :785–9.
- [24] Topic I, Höppel HW, Göken M. Influence of rolling direction on strength and ductility of aluminum and aluminium alloys produced by accumulative roll bonding. *J Mater Sci* 2008 ;43 :7320–5.
- [25] Höppel HW, May L, Prell M, Göken M (2011) Influence of grain size and precipitation state on the fatigue lives and deformation mechanisms of CP aluminium and AA6082 in the VHCF-regime. *Int J Fatigue* 33 :10–18.
- [26] Eivani, A. R., Hosseini, M., Jafarian, H. R., Anijdan, S. H. M., and Park, N. (2017). Materials Characterization Microstructural evolution and fatigue properties of severely deformed AA1050 aluminum alloy. *Materials Characterization*, 130(June), 204–210.
- [27] V. Dalmoro, J.H.Z. dos Santos, E. Armelin, C. Alema' n, D.S. Azambuja, *Appl. Surf. Sci.* 273 (2013) 758–768.
- [28] R. Ambat, A.J. Davenport, G.M. Scamans, A. Afseth, *Corros. Sci.* 48 (2006) 3455–3471.
- [29] Soliman MS, El-danaf EA, Almajid AA (2012) Enhancement of static and fatigue strength of 1050 Al processed by equal-channel angular pressing using two routes. *Mater Sci Eng A* 532 :120–129.
- [30] Golru, S. S., Attar, M. M., and Ramezanzadeh, B. (2014). Journal of Industrial and Engineering Chemistry Morphological analysis and corrosion performance of zirconium based conversion coating on the aluminum alloy 1050. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*.
- [31] Heinz, A., Haszler, A., Keidel, C., Moldenhauer, S., Benedictus, R., and Miller, W. S. (2000). Recent development in aluminium alloys for aerospace applications. *Materials Science and Engineering*, 280, 102–107.
- [32] Deyan Yin, Huiqun Liu, Yuqiang Chen, Danqing Yi, Bo Wang, Bin Wang, Fanghua Shen, Shang Fu, Cong Tang, S. P. (2016). Effect of grain size on fatigue-crack growth in 2524 aluminum alloy. *International Journal of Fatigue*, 84, 9–16.
- [33] Chen YQ, Yi DQ, Jiang Y, Wang B, Xu DZ, Li SC. Twinning and orientation relationships of T-phase precipitates in an Al matrix. *J Mater Sci* 2013 ;48 :3225–31.
-

- [34] Maduro LP, Baptista CARP, Torres MAS, et al. Modeling the growth of LT and TL oriented fatigue cracks in longitudinally and transversely pre-strained Al 2524–T3 alloy. *Procedia Eng* 2011 ;10 :1214–9.
- [35] R. Catubig, A.E. Hughes, I.S. Cole, B.R.W. Hinton, M. Forsyth, The use of cerium and praseodymium mercaptoacetate as thiol-containing inhibitors for AA2024-T3, *Corros. Sci.* 81 (2014) 45–53.
- [36] Zhou, B., Wang, Y., and Zuo, Y. (2015). Applied Surface Science Evolution of the corrosion process of AA 2024-T3 in an alkaline NaCl solution with sodium dodecylbenzenesulfonate and lanthanum chloride inhibitors. *Applied Surface Science*, 357, 735–744.
- [37] J. Gilbert Kaufman, (2000) *Introduction to Aluminum Alloys and Tempers*, ASM International.
- [38] Jaradeh, M. M. R., and Carlberg, T. (2011). Solidification Studies of 3003 Aluminium Alloys with Cu and Zr Additions. *Journal of Materials Science and Technology*, 27(7), 615–627.
- [39] Tavares, P., Alves, A. S. F., and Lesiuk, G. (2016). Fatigue crack growth behaviour of the 6082-T6 aluminium using CT specimens with distinct notches. *Procedia Structural Integrity* 2, 3272–3279.
- [40] Lala Amarnath, A. B. and K. D. (2016). Ratcheting fatigue behaviour of Al-7075 T6 alloy : Influence of stress parameters. *Materials Science and Engineering*, 115.
- [41] Vargel, C. (1999) *Corrosion de l'aluminium*. S.l : Dunod.
- [42] Kamp, N., Sinclair, I., and Starink, M. J. (2002). Toughness-Strength Relations in the Overaged 7449 Al-Based Alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 33(April).
- [43] Sullivan, A., and Robson, J. D. (2008). Microstructural properties of friction stir welded and post-weld heat-treated 7449 aluminium alloy thick plate. *Materials Science and Engineering A*, 478, 351–360.
- [44] Mahoney, M. W., Rhodes, C. G., Flintoff, J. G., Spurling, R. A., and Bingel, W. H. (1998). Properties of Friction-Stir-Welded 7075 T651 Aluminum. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 29, 1955–1963.
- [45] Christian Vargel, (2004) *Corrosion of Aluminum*, Elsevier.
- [46] E. McCafferty, (2010) *Introduction to Corrosion Science*, Springer Science.
- [47] R. Winston Revie, Herbert H. Uhlig, (2008) *Corrosion and Corrosion Control-An Introduction to Corrosion Science and Engineering*, Wiley-Interscience 4th Edition.
- [48] F. Mansfeld, *Corrosion Mechanisms (Hardback)*, F. Mansfeld and H. Heinemann, Eds. CRC (Dekker), 1987, vol. 28.
- [49] Y. Feng, K. Tan, A. Hsieh, W. Teo, and K. Siow, "Corrosion Mechanisms and Products of Copper in Aqueous Solutions at Various pH Values," *Corrosion*, vol. 53, no. 5, 1997.
- [50] M. Shao, Y. Fu, R. Hu, C. Lin, *Materials Science and Engineering* 344 (2003) 323.
- [51] K.R. Trethewey, J. Chamberlain, "Corrosion for Science and Engineering 2nd Edn." Longman (UK), (1995).
- [52] J. Galvele, R. Torresi, and R. Carranza, "Passivity Breakdown, its Relation to Pitting and Stress-Corrosion-Cracking Processes," *Corrosion Science*, vol. 31, pp. 563 – 571, 1990.
-

- [53] S. Mahmoud, "Electrochemical Studies of Pitting Corrosion of Cu-Fe Alloy in Sodium Chloride Solutions," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 457, pp. 587 – 592, 2008.
- [54] C. A. C. Sequeira, *Copper and Copper Alloys*. John Wiley and Sons, Inc., 2011, pp. 757–785.
- [55] B. D. Craig, *Fundamental Aspects of Corrosion Films in Corrosion Science*, B. D. Craig, Ed. Springer, 1991.
- [56] F. Corvo, J. Minotas, J. Delgado, and C. Arroyave, "Changes in Atmospheric Corrosion Rate Caused by Chloride Ions Depending on Rain Regime," *Corrosion Science*, vol. 47, no. 4, pp. 883 – 892, 2005.
- [57] N. Allam, A. Nazeer, and E. Ashour, "A Review of the Effects of Benzotriazole on the Corrosion of Copper and Copper Alloys in Clean and Polluted Environments," *Journal of Applied Electrochemistry*, vol. 39, pp. 961–969, 2009.
- [58] A. J. Bard, M. Stratmann, and G. S. Frankel, *Corrosion and Oxide Films*, M. Stratmann and G. S. Frankel, Eds. Wiley, VCH, 2003.
- [59] Stansbury, E.E., Buchanan, R.A., *Fundamentals of Electrochemical Corrosion*. 2000, Materials Park, OH : ASM International.
- [60] Jones, D.A., *Principles and Prevention of Corrosion*. 2 ed. 1996, Upper Saddle River, NJ : Prentice Hall. 572.
- [61] Gao, L.J. and B.E. Conway, Poisoning effects of arsenic species on H₂ adsorption and kinetic behaviour of the H₂ evolution reaction at Pt in KOH solution. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 1995. 395(1–2) : p. 261-271.
- [62] Qian, S.Y., B.E. Conway, and G. Jerkiewicz, Kinetic rationalization of catalyst poison effects on cathodic H₂ sorption into metals : relation of enhancement and inhibition to H₂ coverage. *Journal of the Chemical Society, Faraday Transactions*, 1998. 94(19) : p. 2945-2954.
- [63] Dieter Landolt, (2007) *Corrosion and Surface Chemistry of Metals*.
- [64] Philip A. Schweizer, (2006) *Fundamentals of Metallic Corrosion-Atmospheric and Media Corrosion of Metals*, *Corrosion Engineering Handbook Second Edition*.
- [65] Einar Bardal, (2004) *Corrosion and Protection, Engineering Materials and Processes*.
- [66] Luo, C., Albu, S. P., Zhou, X., Sun, Z., Zhang, X., and Tang, Z. (2015). Continuous and Discontinuous Localized Corrosion of a 2xxx Aluminium-copper-lithium Alloy in Sodium Chloride Solution. *Journal of Alloys and Compounds*.
- [67] Pietro Paolo Milella, (2013) *Fatigue and Corrosion in Metals*, Springer.
- [68] L. Shen, H. Chen, L.-D. Xu, X.-L. Che, Y. Chen. (2017). Stress corrosion cracking and corrosion fatigue cracking behavior of A7N01P-T4 aluminum alloy. *Materials and Corrosion*, (July), 1–8.
- [69] Pereira, M. C., Silva, J. W. J., Acciari, H. A., Codaro, E. N., et Hein, L. R. O. (2012). Morphology Characterization and Kinetics Evaluation of Pitting Corrosion of Commercially Pure Aluminium by Digital Image Analysis, 2012(May), 287–293.
- [70] Eizadjou, M., Fattahi, H., Talachi, A. K., Manesh, H. D., Janghorban, K., and Shariat, M. H. (2012). Pitting corrosion susceptibility of ultrafine grains commercially pure aluminum produced by accumulative roll bonding process, 47(1), 19–25.
-

- [71] Witkowska, M, Thompson, GE, Hashimoto, T, Koroleva, E, “Assessment of the Surface Reactivity of AA1050 Aluminium Alloy.” *Surf. Interface Anal.*, 45 1585–1589 (2013).
- [72] Allachi, H, Chaouket, F, Draoui, K, “Protection Against Corrosion in Marine Environments of AA6060 Aluminium Alloy by Cerium Chlorides.” *J. Alloys Compd.*, 491 223–229 (2010).
- [73] Claude. Bathias, André. Pineau (2010), *Fatigue of Materials and Structures Fundamentals*.
- [74] Henri-Paul. Lieurade, André. Galtier, Paul. Rabbe, *Essais de fatigue-Partie I, Techniques de L'ingénieur*, M 4 170– 2.
- [75] Jaap Schijve, *Fatigue of Structures and Materials* (2009) page 15.
- [76] Gilbert. Henaff, Frank. Morel (2005), *Fatigue des Structures, Endurance, critères de dimensionnement, propagation des fissures, rupture*.
- [77] F. Lefebvre, I. Sinclair, *Micromechanical aspects of fatigue in a MIG welded aluminium airframe alloy Part 2. Short fatigue crack behavior, Materials Science and Engineering A* 407 (2005) 265–272.
- [78] Bathias, C. et J.P. Bâillon, J ; (1997) *La Fatigue des Matériaux et des Structures*, Ed.2 Paris : Hermès.
- [79] Paris P, Gomez M, Anderson W. A rational analytic theory of fatigue. *Trends Eng* 13 1961:9-14.
- [80] Paris P, Erdogan F. A critical analysis of crack propagation law. *J Basic Eng Trans ASME* 1963:528-534.
- [81] Irwin GR. Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate. *Journal of Applied Mechanics* 1957;361.
- [82] G. Pomey et P. Rabbe (1968), *Ruptures de fatigue des pièces de machines. Classification et analyse*, Dunod, Paris.
- [83] R. Pelloux (Avril 1969)., *Proc. Second Int. Conf. on Fracture*, Brighton, p. 777.
- [84] Schneider, N., Bödecker, J., Berger, C., and Oechsner, M. (2016). Frequency effect and influence of testing technique on the fatigue behaviour of quenched and tempered steel and aluminium alloy. *International Journal of Fatigue*.
- [85] Claude. Bathias, *Fatigue des Matériaux et des Structures*.
- [86] Coffin, *Internal stresses and fatigue in metals*. 1959 Elsevier Publishing.
- [87] Sonsino, C. M. (2007). Course of SN-curves especially in the high-cycle fatigue regime with regard to component design and safety. *International Journal of Fatigue*, 29, 2246–2258.
- [88] D.J. MacAdam Jr.-*Proc* (1926). *Am. Soc. Testing Mat.*, 26,224.
- [89] *Corrosion Fatigue*. Ed. Decreux, McEvily (1972), Stachle Published by Nace.
- [90] *Environment-Induced Cracking of Metals*, *Proc. First Int. Conf. On Environment Induced Cracking of Metals*. Ed. R.P. Gangloff and M.B. Ives. Published by Nace (1990).
- [91] P.C. Paris, M.P. Gomez, W.E. Anderson (January 1961), *A Rational Theory of Fatigue, The Trend in Engineering*, 13, No.1, University of Washington.
- [92] Yang, H., Wang, X., Wang, Y., Wang, Y., et Zhang, Z. (2017). *Microarc Oxidation*
-

- Coating Combined with Surface Pore-Sealing Treatment Enhances Corrosion Fatigue Performance of 7075-T7351 Al Alloy in Different Media. *Materials*, 10(609), 1–13.
- [93] Thompson, Wadsworth, Louat (1956), The origin of fatigue fracture in copper. *Philosophical Magazine*, 1, 113-126.
- [94] Shen, Podlaseck, Kramer (1966), Effect of Vacuum on the Fatigue Life of Aluminium, *Acta Metallurgica*, 14, 341-346.
- [95] O. Vosikovsky, *J. Test. Eval.*, 8, pp.68-73, 1980.
- [96] R.P. Wei, J.P. Landes (1969), *Mater. Res. Stds.* 9 : pp.25-28, 1969.
- [97] Foard et Hoar (1977), *Metal Science*, p.326, 1978. Proceedings of Conference on Mechanisms of Environment Sensitive Cracking of Materials, University of Surrey.
- [98] Shen, L., Chen, H., Che, X., and Xu, L. (2017). Corrosion–fatigue crack propagation of aluminum alloys for high-speed trains. *International Journal of Modern Physics B*, 31, 1–7.
- [99] Pao, P. S. (1996). "Mechanisms of corrosion fatigue" In *Fatigue and fracture*, Materials Park, USA : ASM International.
- [100] Ilman MN (2014) Chromate inhibition of environmentally assisted fatigue crack propagation of aluminium alloy AA 2024-T3 in 3.5% NaCl solution. *Int J Fatigue* 62 :228–235.
- [101] Withy B, Campbell S, Stephen G (2014) The influence of corrosion pits and cold expanded fastener holes on the fatigue life aluminium 7075-T651. *Adv Mater Res* 892 :87–92.
- [102] PereiraMC, Silva JWJ, Acciari HA, Codaro EN, Hein LRO (2012) Morphology characterization and kinetics evaluation of pitting corrosion of commercially pure aluminium by digital image analysis. *Mater Sci Appl* 3 :287–293.
- [103] Sakin R (2016) Investigation of bending fatigue-life of aluminum sheets based on rolling direction. *Alexandria Engineering Journal* 57 :35–47.
- [104] Höppel HW, Mathias G, Kümmel F, Haus T (2016) Enhanced fatigue lives in AA1050A / AA5005 laminated metal composites produced by accumulative roll bonding. *Acta Mater* 120 :150–158.
- [105] Naeimi M, Eivani AR, Jafarian HR, Boutorabi SMA, Shams H (2017) Correlation between microstructure, tensile properties and fatigue life of AA1050 aluminum alloy processed by pure shear extrusion. *Mater Sci Eng A* 679 :292–298.
- [106] Eivani AR, Hosseini M, Jafarian HR, Anijdan SHM, Park N (2017) Microstructural evolution and fatigue properties of severely deformed AA1050 aluminum alloy. *Mater Charact* 130 :204–210.
- [107] Höppel HW, May L, Prell M, Göken M (2011) Influence of grain size and precipitation state on the fatigue lives and deformation mechanisms of CP aluminium and AA6082 in the VHCF-regime. *Int J Fatigue* 33 :10–18.
- [108] N. Pause, D. Tanguy, D. Delafosse, D. S. (2006). Fatigue et fatigue-corrosion de tôles d'aluminium 2024-T351 présentant des défauts de corrosion localisée. *Matériaux*.
- [109] Moreto, J. A., Broday, E. E., Rossino, L. S., Fernandes, J. C. S., et Filho, W. W. B. (2017). Effect of Localized Corrosion on Fatigue – Crack Growth in 2524-T3 and 2198-
-

- T851 Aluminum Alloys Used as Aircraft Materials. *Journal of Materials Engineering and Performance*.
- [110] Skeldon, P., and Thompson, G. E. (2016). Effect of Nickel and Magnesium on the Electrochemical Behavior of AA 1050 Alloys in Nitric Acid Solution. *Journal of The Electrochemical Society*, 163(9).
- [111] Chung MK, Choi YS, Kim JG, Kim YM, Lee JC. Effect of the number of ECAP pass time on electrochemical properties of 1050 Al alloys. *Mater Sci Eng, A* 2004 ;366 :282–91.
- [112] Song D, MA AB, Jiang JH, Lin PH, Yang DH. Corrosion behavior of ultra-fine grained industrial pure Al fabricated by ECAP. *Trans Nonferrous Met Soc China* 2009 ;19 :1065–70.
- [113] Sherif EM, Soliman MS, El-Danaf EA, Almajid AA. Effect of equal-channel angular pressing passes on the corrosion behavior of 1050 aluminum alloy in natural seawater. *Int J Electrochem Sci* 2013 ;8 :1103–16.
- [114] Wei W, Wei KX, Du QB. Corrosion and tensile behaviors of ultra-fine grained Al–Mn alloy produced by accumulative roll bonding. *Mater Sci Eng, A* 2007 ;454–455 :536–41.
- [115] Abdulstaar, M., Mhaede, M., Wagner, L., and Wollmann, M. (2014). Corrosion behaviour of Al 1050 severely deformed by rotary swaging. *Journal of Materials and Design*, 57, 325–329.
- [116] Jian, H., Luo, J., Tang, X., Li, X., and Yan, C. (2017). Influence of microstructure on fatigue crack propagation behaviors of an aluminum alloy: Role of sheet thickness. *Engineering Fracture Mechanics*, 180, 105–114.
- [117] Wang, C. Q., Xiong, J. J., Shenoi, R. A., Liu, M. D., et Liu, J. Z. (2016). A modified model to depict corrosion fatigue crack growth behavior for evaluating residual lives of aluminum alloys. *International Journal of Fatigue*, 83, 280–287.
- [118] Firas Ali Jasim Al-Mahaweeli, Saad A. Khuder Alsaraf, H. J. M. A.-A. (2017). *International Journal of Energy and Environment*, 8(4), 315–320.
- [119] Weber, M., Eason, P. D., Özde, H., Tiryakio, M., et Law, B. (2017). The effect of surface corrosion damage on the fatigue life of 6061-T6 aluminum alloy extrusions. *Materials Science and Engineering A*, 690(February), 427–432.
- [120] Huang, Y., Ye, X., Hu, B., and Chen, L. (2016). Equivalent crack size model for pre-corrosion fatigue life prediction of aluminum alloy 7075-T6. *International Journal of Fatigue*, 88, 217–226.
- [121] Menan, F., and Henaff, G. (2009). Influence of frequency and exposure to a saline solution on the corrosion fatigue crack growth behavior of the aluminum alloy 2024. *International Journal of Fatigue*, 31(11–12), 1684–1695.
- [122] Abdulstaar MA, Mhaede M (2014) Fatigue behaviour of commercially pure aluminium processed by rotary swaging. *J Mater Sci* 49 : 1138–1143.
- [123] Dixon (W.J.) et Mood (A.M.). – *J. Amer. Statistical Assoc.* 43 1948, p. 109-126.
- [124] Finney (D.J.). – *Probit analysis*. Cambridge Univ. Press, 1950.
- [125] Robbins (H.) et Monroe (S.). – *Ann. Math. Stat. (USA)* 22 1951, p. 400-407.
- [126] Lieurade (H.P.), Bastenaire (F.) et Regnier (L.). – *IRSID Rapport RFP 250*, juin 1978.
-